WATERS 600

高效液相色谱仪使用说明书

（用 前 必 读）

青岛科技大学化工测试中心

2009-07-17

安 全 指 南

遵守安全指南可以防止对系统或设备造成损害。



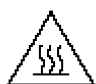
注意：不要将设备置于阳光直射的地方或靠近空调通风口。



注意：在不确定的情况下，不要删除工作站中的任何文件。



注意：为了避免损坏检测器的流动池，不要触摸流动池窗口。



小心：为避免被灼伤，在拆下灯泡进行更换或调整前，请至少提前**30** 分钟关闭灯泡。



小心：为避免电击事故和人身伤害，请务必在执行维护工作前关闭高压泵、检测器并拔下电源线。



小心：为避免化学或电气危险，在操作系统时，请务必遵守实验室的安全规定。

目　录

第一章　WATERS 600 简介

该高效液相色谱系统是由 Waters600 高压泵及控制器、氦气脱气系统、Waters 2996 二极管阵列检测器和 Millennium32 4.02 版本（中文版）工作站构成。该系统所有的控制指令和数据处理都可以通过计算计完成。该系统是分析实验室不可缺少的仪器设备，是有机物定量分析的最佳手段之一，另外的突出优点是可以对色谱峰的纯度进行判断。建立色谱库后可以实现定性分析。

第二章　基本操作要领

2.1 操作规程

2.1.1 制备标样和样品：配置合适浓度的标样；制备的样品进样前要过滤。
2.1.2 使用 HPLC 级流动相，必要时自行制备；水为实验室 2 级水。用前均需过 0.45μm 滤膜。
2.1.3 流动相脱气：打开氦气(99.999%)钢瓶，调节减压阀输出压力 0.3~0.6MPa。确认流动相管线和相对应的脱气管线。开始洗脱前，以 100mL/min 的速率脱气至少 15min，然后以 30~50mL/min 速率维持脱气，直至分析工作完成。
2.1.4 开机：顺序接通 WATERS 2996、600。打开计算机电源，进入 WIN2000，双击启动 Millennium 32 工作站。登录,输入用户名或密码。如检测器启动后 STATUS 灯闪烁，可在系统运行平稳后重新启动检测器。
2.1.5 排出泵室气泡。当正常工作流速时显示无压力或压力很低，此时一般要排气。方法是打开排气阀，设置流速 9.99mL/min，待排液正常后恢复原有设置。
2.1.6 双击配置系统，建立分析项目。双击运行样品，创建方法组。根据实际分析的样品和要求，设置 600 泵和检测器的工作参数。顺序点击设置、进样按钮，准备开始分析。
2.1.7 进样　将六通阀手柄置于 LOAD 状态。注意排除气泡，用微量进样器准确装样（此时安装的定量管体积要大于进样体积）；用注射器装样，注入 5 倍于定量管体积的待测溶液；装样后将手柄顺时针置于 INJECT 状态开始进样，同时会听到蜂鸣声及屏幕提示，这时工作站开始记录。待进样后 2~3min，将手柄转回 LOAD 位置，这时才能取下进样器，吸样开始下次分析。注意必须使用专用进样器，避免损坏阀片，造成漏液。
2.1.8 关机　测试完毕，先用 100%水冲洗至压力平衡，持续 10min，改为 90%甲醇水溶液洗脱至柱压平衡，持续 5min。将流速设置为 0 ml/min 后顺序关闭 WATERS600、2996 电源开关。关闭氦气钢瓶气阀。处理数据打印报告后，关闭计算机和总电源开关。
2.1.9 注意事项：遵守实验室安全操作规程。更换色谱柱和流动相时必须停泵。
2.1.10 仪器维护与保养：　检查各组件连接处有无泄漏；检查废液及时处理；定期检查氦气气路，保证气路密闭并畅通；停机超过 2 周，需开机运行保养。

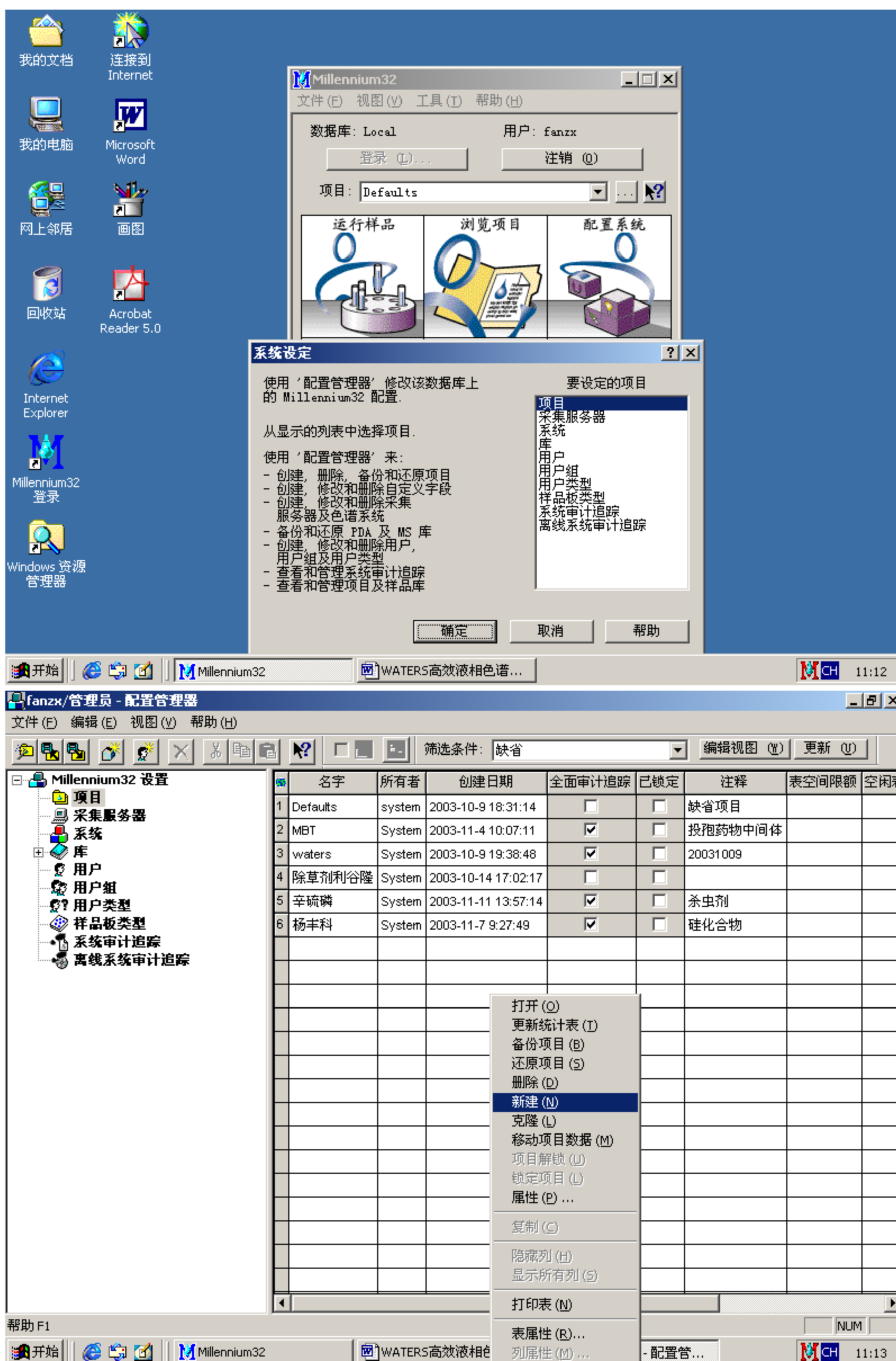
2.2　运行分析样品

2.2.1 创建项目

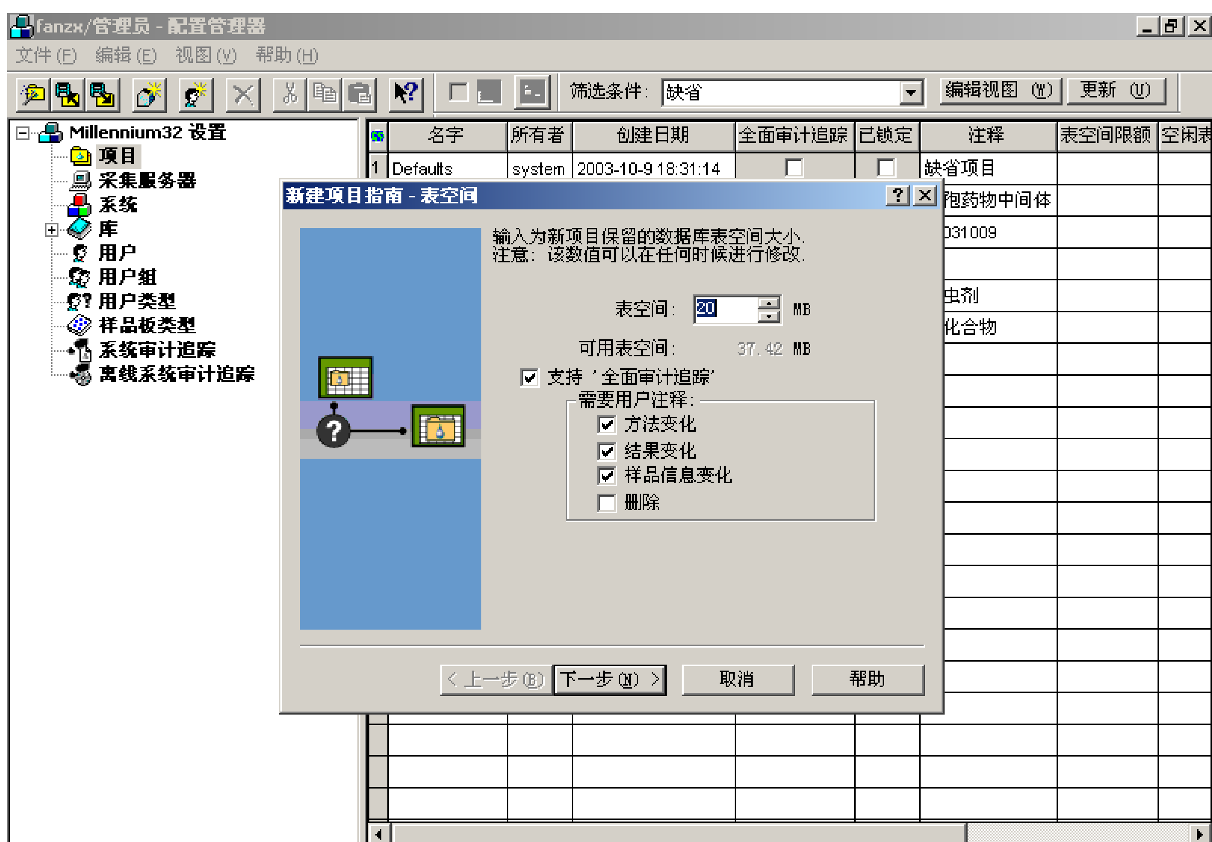
分析工作开始首先要创建项目。项目是方法、结果、自定义字段、视图筛选器和原始数据的集合，由用户定义。该集合驻留在数据库中并在“浏览项目”中显示。自定义字段、方法和结果存储在硬盘上，位于数据库内的表空间保留区域中。缺省情况下，项目原始数据直接存储在硬盘上。

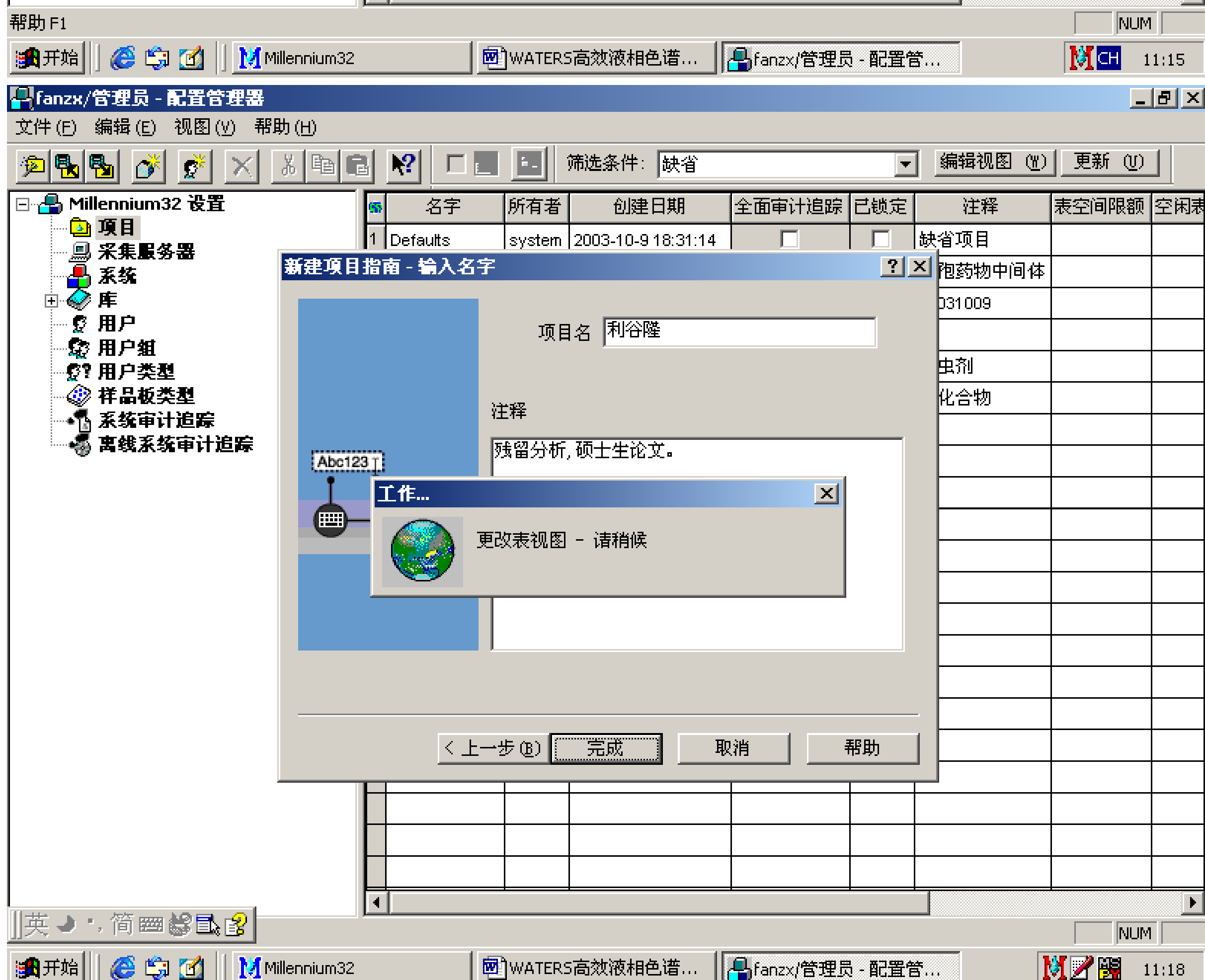
双击工作站主界面的配置系统，选择项目按确定。加载后，按鼠标右键，新建项目。项目所占硬盘空间可设置为10~50M。按照提示输入项目名称确认完成。

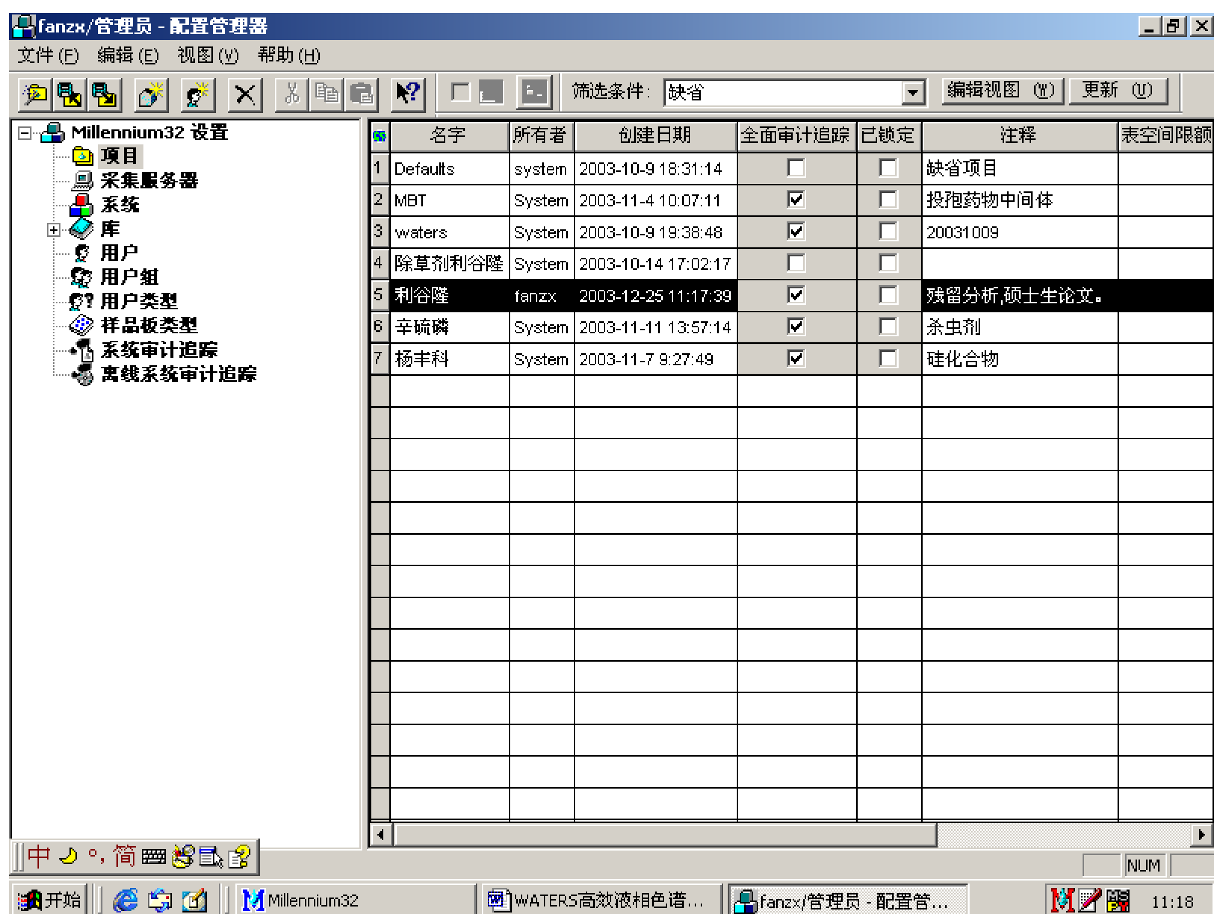
关闭窗口，回到主界面，选择创建的项目。



我的文档
连接到 Internet
我的电脑
Microsoft Word
网上邻居
画图
回收站
Acrobat Reader 5.0
Internet Explorer
Millennium32 登录
Windows 资源管理器
Millennium32
数据库: Local
用户: fanzx
登录 (L)...
注销 (O)
项目: Defaults
运行样品
浏览项目
配置系统
系统设定
使用'配置管理器'修改该数据库上的 Millennium32 配置.
从显示的列表中选择项目.
使用'配置管理器'来:
- 创建, 删除, 备份和还原项目
- 创建, 修改和删除自定义字段
- 创建, 修改和删除采集服务器及色谱系统
- 备份和还原 PDA 及 MS 库
- 创建, 修改和删除用户, 用户组及用户类型
- 查看和管理系统审计追踪
- 查看和管理项目及样品库
要设定的项目
项目
采集服务器
系统
库
用户
用户组
用户类型
样品板类型
系统审计追踪
离线系统审计追踪
确定
取消
帮助
开始
WATERS高效液相色谱...
11:12
fanzx/管理员 - 配置管理器
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)
筛选条件: 缺省
编辑视图 (W)
更新 (U)
Millennium32 设置
名字
所有者
创建日期
全面审计追踪
已锁定
注释
表空间限额
Defaults system 2003-10-9 18:31:14 缺省项目
MBT System 2003-11-4 10:07:11 投孢药物中间体
waters System 2003-10-9 19:38:48 20031009
除草剂利谷隆 System 2003-10-14 17:02:17
辛硫磷 System 2003-11-11 13:57:14 杀虫剂
杨丰科 System 2003-11-7 9:27:49 硅化合物
打开 (O)
更新统计表 (T)
备份项目 (B)
还原项目 (S)
删除 (D)
新建 (N)
克隆 (L)
移动项目数据 (M)
项目解锁 (U)
锁定项目 (L)
属性 (P) ...
复制 (C)
隐藏列 (H)
显示所有列 (S)
打印表 (N)
表属性 (R)...
列属性 (M) ...
帮助 F1
NUM
11:13


fanzx/管理员 - 配置管理器
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)
筛选条件: 缺省
编辑视图 (W)
更新 (U)
Millennium32 设置
项目
采集服务器
系统
库
用户
用户组
用户类型
样品板类型
系统审计追踪
离线系统审计追踪
名字
所有者
创建日期
全面审计追踪
已锁定
注释
表空间限额
空闲表
Defaults
system
2003-10-9 18:31:14
缺省项目
新建项目指南 - 表空间
输入为新项目保留的数据库表空间大小.
注意: 该数值可以在任何时候进行修改.
表空间: 20 MB
可用表空间: 37.42 MB
支持 '全面审计追踪'
需要用户注释:
方法变化
结果变化
样品信息变化
删除
< 上一步 (B)
下一步 (N) >
取消
帮助
帮助 F1
NUM
开始
Millennium32
WATERS高效液相色谱...
fanzx/管理员 - 配置管...
11:15


fanzx/管理员 - 配置管理器
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)
筛选条件: 缺省
编辑视图 (W)
更新 (U)
Millennium32 设置
项目
采集服务器
系统
库
用户
用户组
用户类型
样品板类型
系统审计追踪
离线系统审计追踪
名字
所有者
创建日期
全面审计追踪
已锁定
注释
表空间限额
空闲表
Defaults
system
2003-10-9 18:31:14
缺省项目
新建项目指南 - 输入名字
项目名 利谷隆
注释
残留分析，硕士生论文。
Abc123
工作...
更改表视图 - 请稍候
< 上一步 (B)
完成
取消
帮助
NUM
开始
Millennium32
WATERS高效液相色谱...
fanzx/管理员 - 配置管...
11:18


fanzx/管理员 - 配置管理器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
筛选条件: 缺省
编辑视图(W) 更新(U)
Millennium32 设置
项目
采集服务器
系统
库
用户
用户组
用户类型
样品板类型
系统审计追踪
离线系统审计追踪
名字 所有者 创建日期 全面审计追踪 已锁定 注释 表空间限额
1 Defaults system 2003-10-9 18:31:14 缺省项目
2 MBT System 2003-11-4 10:07:11 投孢药物中间体
3 waters System 2003-10-9 19:38:48 20031009
4 除草剂利谷隆 System 2003-10-14 17:02:17
5 利谷隆 fanzx 2003-12-25 11:17:39 残留分析,硕士生论文。
6 辛硫磷 System 2003-11-11 13:57:14 杀虫剂
7 杨丰科 System 2003-11-7 9:27:49 硅化合物
NUM
开始
Millennium32
WATERS高效液相色谱...
fanzx/管理员 - 配置管...
11:18

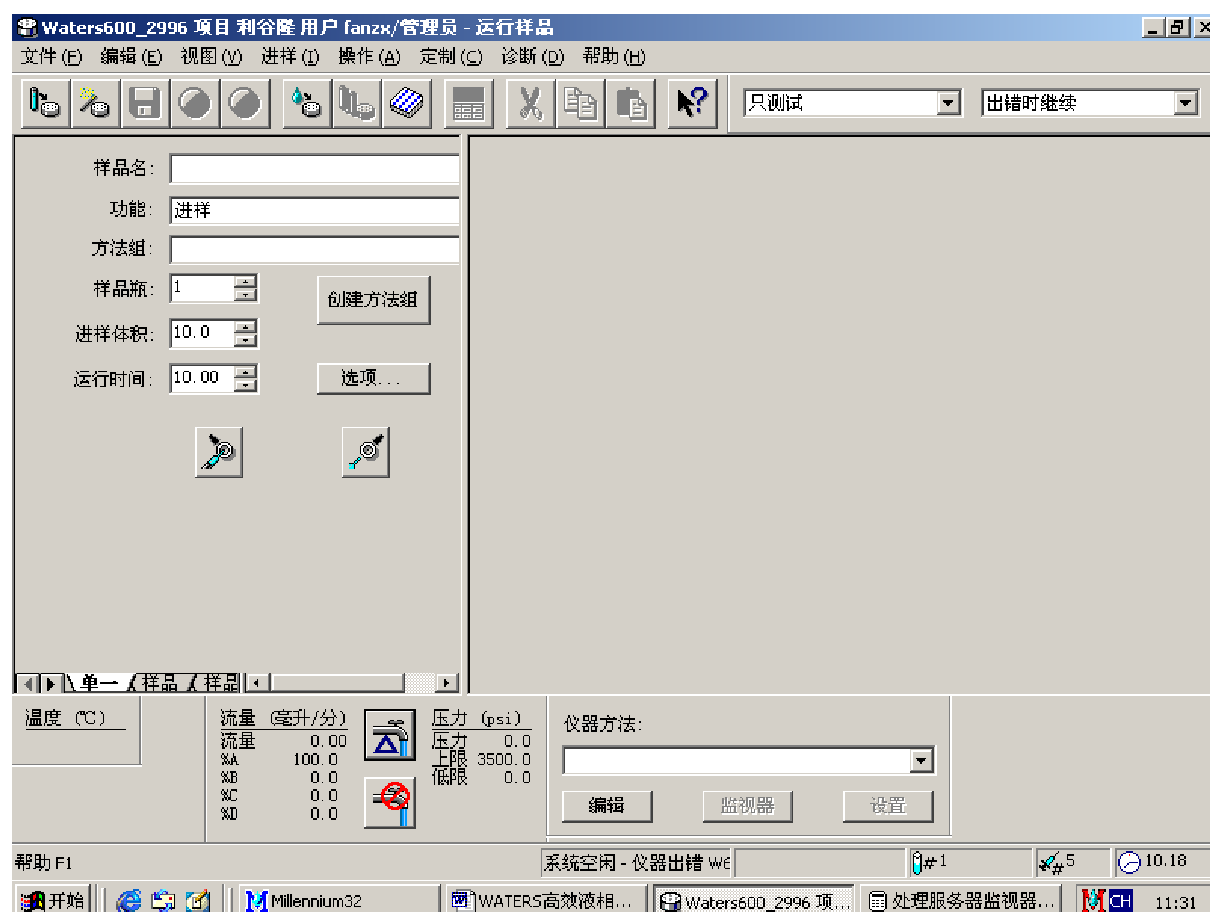

我的文档
连接到 Internet
我的电脑
Microsoft Word
网上邻居
画图
回收站
Acrobat Reader 5.0
Internet Explorer
Millennium32 登录
Windows 资源管理器
Millennium32
文件(F) 视图(V) 工具(T) 帮助(H)
数据库: Local
用户: fanzx
登录(L)...
注销(O)
项目: 利谷隆
运行样品
浏览项目
配置系统
处理数据
查看数据
打印数据
帮助 F1
开始
Millennium32
WATERS高效液相色谱...
CH
11:24

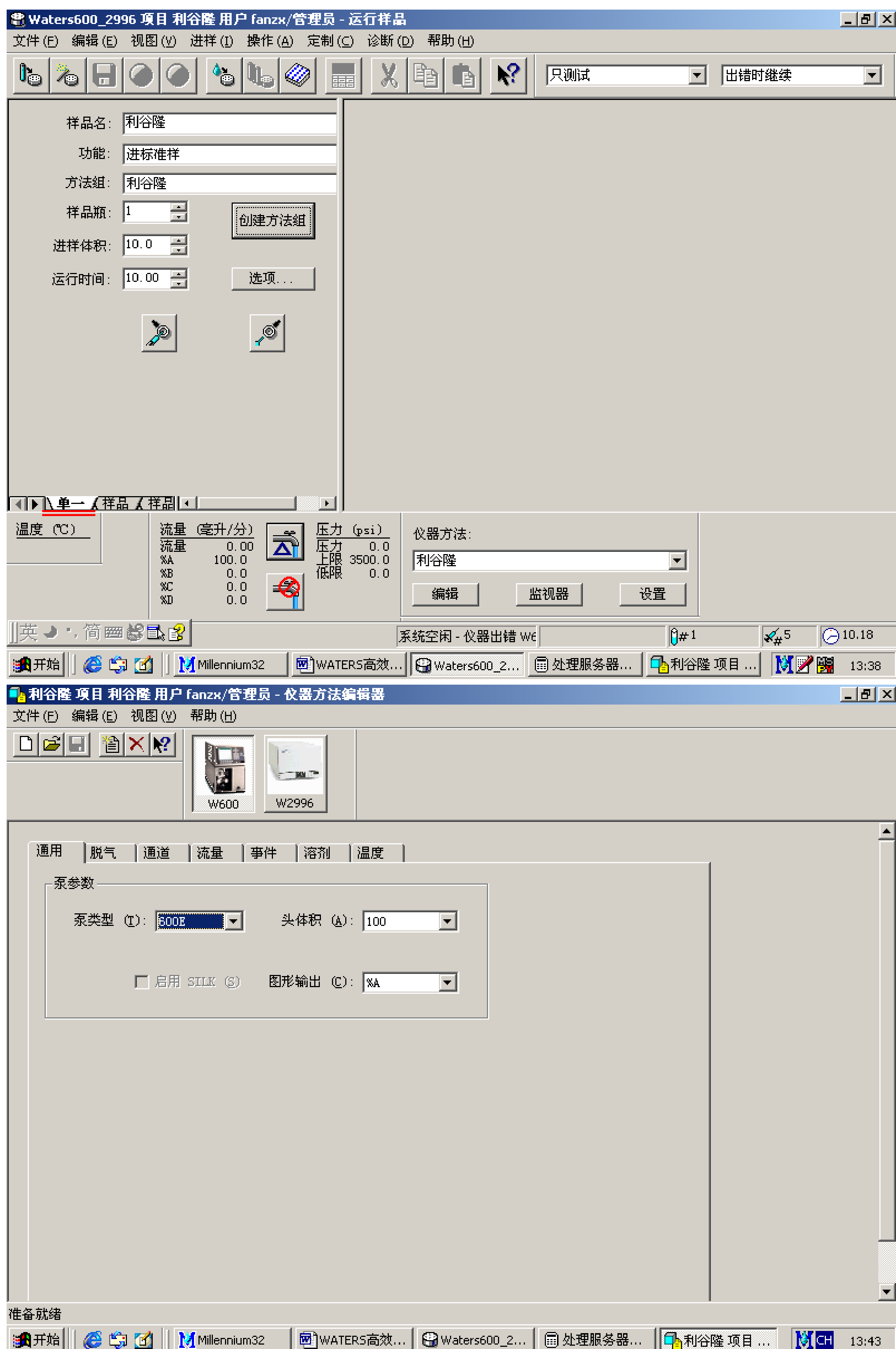
2.2.2 创建仪器方法

仪器方法指软件如何控制色谱仪器。本方法包含流量、溶剂组成、脱气等参数，以及检测器设置（如波长和数据速率）。“仪器方法编辑器”用于创建和编辑仪器方法，它含有多个选项卡，可用来为所选仪器组织参数设置。

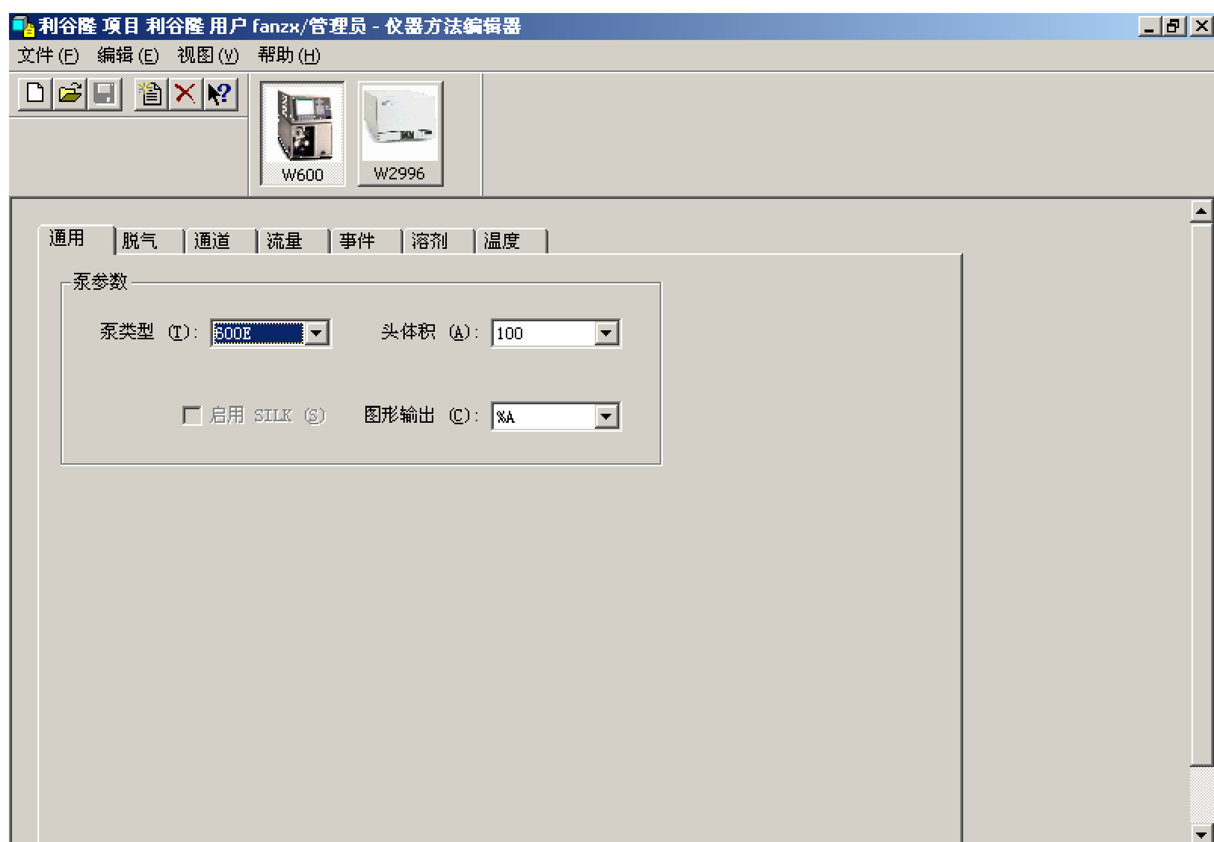
2.2.2.1　**单一进样(与样品组进样方式不同是每一次进样不需要按运行样品界面的进样按钮)**　双击运行样品，加载后出现运行样品程序界面。填写样品名、创建方法组，编辑仪器方法（在下拉式菜单出选择创建的项目名）。按编辑进入分析方法编辑器。通用选项卡一般不设置；脱气速率：在流量为 0 时设置 100ml/min，15min。15min 中后改为 20ml/min，进入正常分析工作。将要脱气的贮液器选上。通道一般不设置。设置后可观测到压力、温度等参数的变化。流量根据实际分析情况设置。要注意和脱气的贮气瓶相对应。事件的设置是为了完成工作站和进样阀的联动。检测器通常按缺省状态不需要特殊处理。所有参数设置后，保存，关闭回到运行样品界面。点击设置，启动仪器。点击监视器，可观察基线。基线平稳后，可进样分析。每次分析前，提前按动进样按钮，否则数据不被记录。

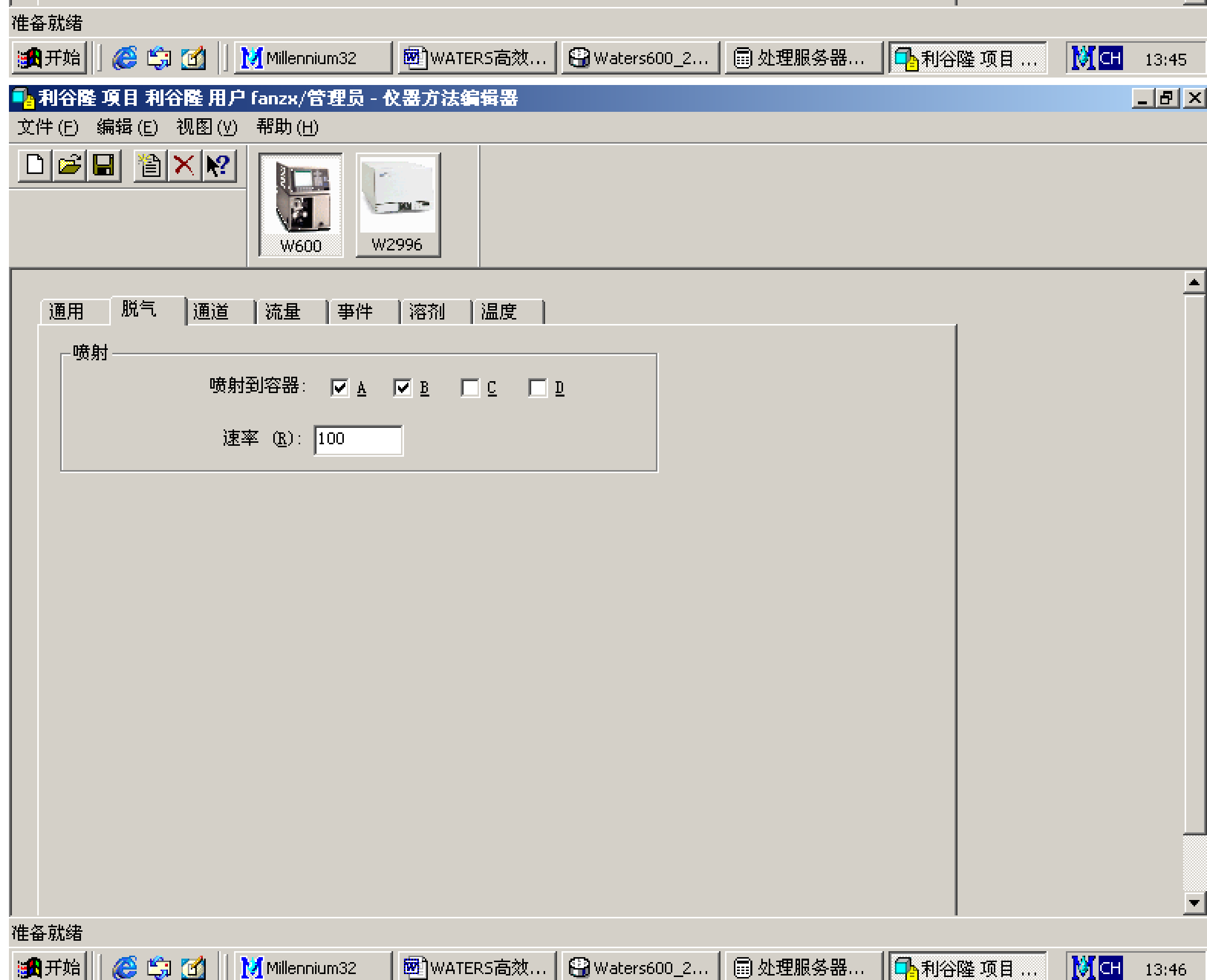
在运行样品分析的实时界面，可观测 PDA 光谱图；自定义分析标尺。要注意想保留这种记录状态，需要到文件处下拉式菜单中点击保存参数。

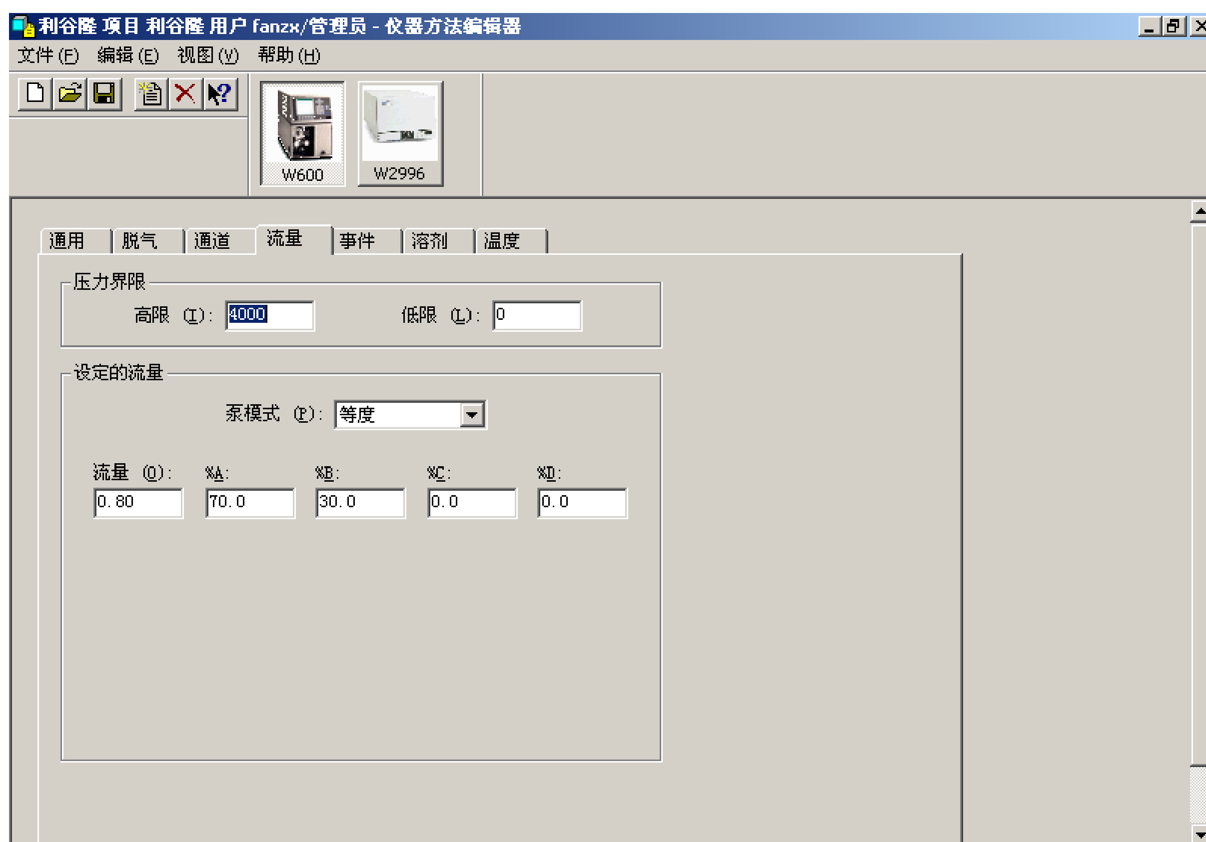




Waters600_2996 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 运行样品
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 进样(I) 操作(A) 定制(C) 诊断(D) 帮助(H)
只测试
出错时继续
样品名: 利谷隆
功能: 进标准样
方法组: 利谷隆
样品瓶: 1
创建方法组
进样体积: 10.0
运行时间: 10.00
选项...
温度 (℃)
流量 (毫升/分)
压力 (psi)
仪器方法:
利谷隆
编辑
监视器
设置
系统空闲 - 仪器出错
利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
脱气
通道
流量
事件
溶剂
温度
泵参数
泵类型 (T): 600E
头体积 (A): 100
启用 SILK (S)
图形输出 (C): %A
准备就绪


利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
脱气
通道
流量
事件
溶剂
温度
泵参数
泵类型 (T): 600E
头体积 (A): 100
启用 SILK (S)
图形输出 (C): %A
准备就绪
开始
Millennium32
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
利谷隆 项目 ...
13:45

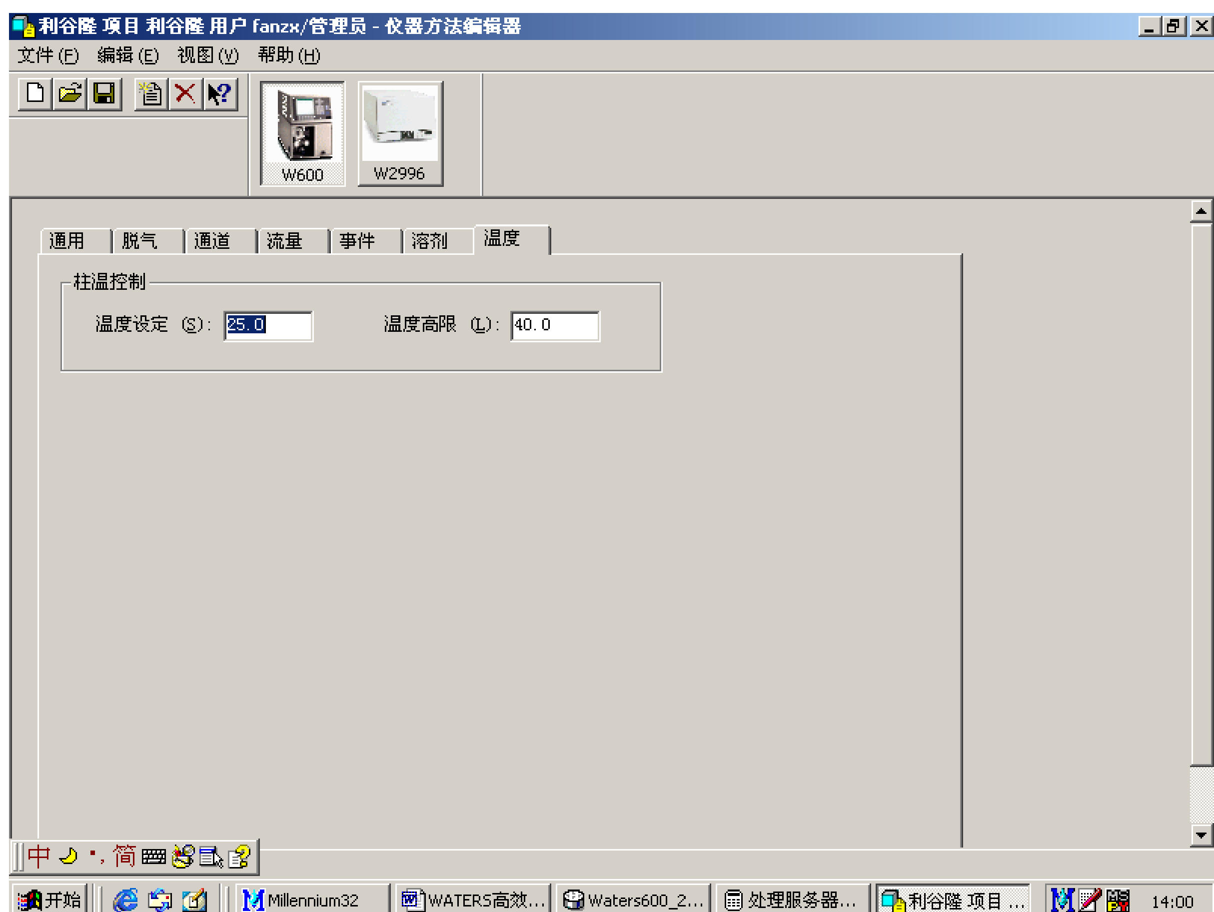

利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
脱气
通道
流量
事件
溶剂
温度
喷射
喷射到容器: A B C D
速率 (R): 100
准备就绪
开始
Millennium32
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
利谷隆 项目 ...
13:46

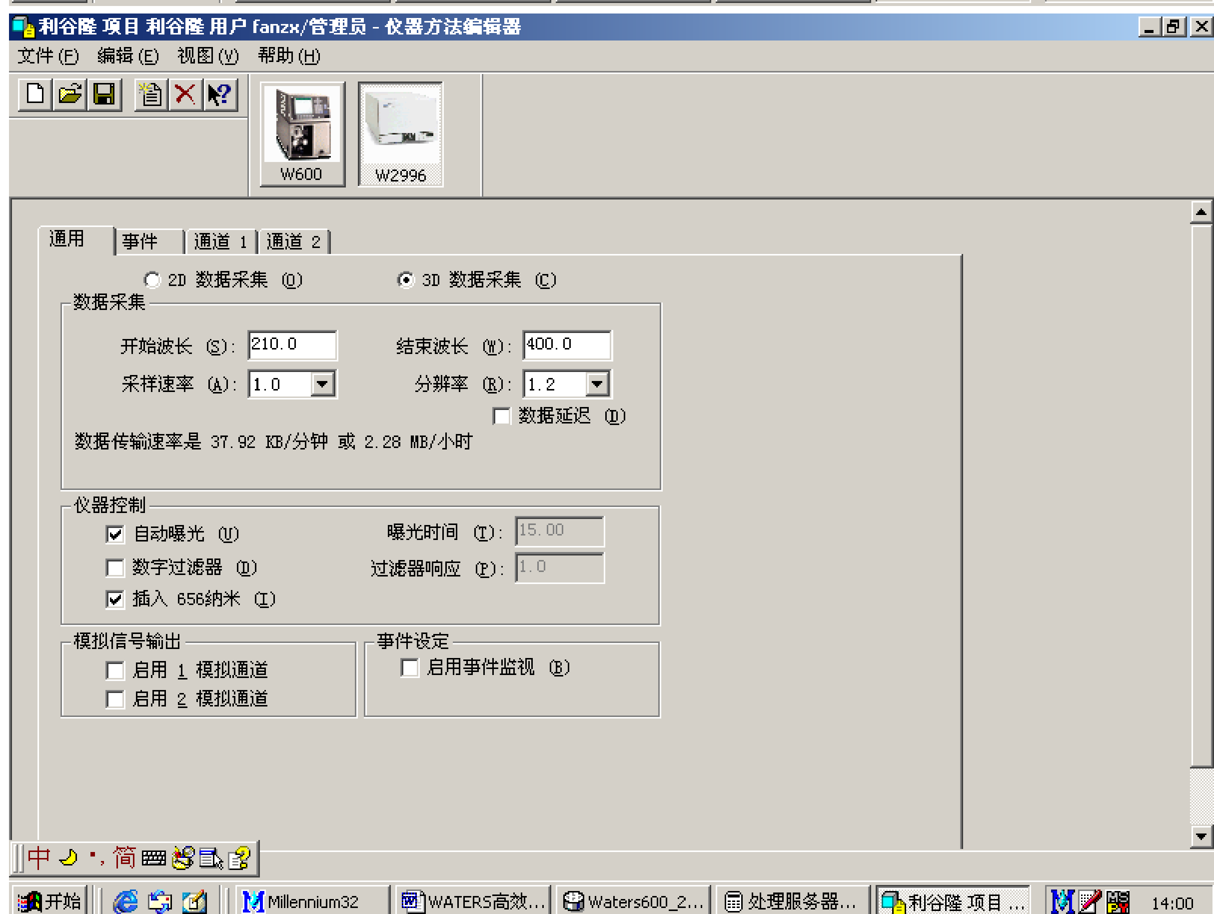

利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
脱气
通道
流量
事件
溶剂
温度
压力界限
高限 (I): 4000
低限 (L): 0
设定的流量
泵模式 (P): 等度
流量 (O): 0.80
%A: 70.0
%B: 30.0
%C: 0.0
%D: 0.0
准备就绪


开始
Millennium32
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
利谷隆 项目 ...
13:58


利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
脱气
通道
流量
事件
溶剂
温度
初始事件状态
开关 1
开关 2
开关 3
开关 4
设定的事件
启用事件监视 (N)
时间
事件
功能
值
1
0.00
开关 1
脉动
准备就绪


开始
Millennium32
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
利谷隆 项目 ...
13:58


利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
脱气
通道
流量
事件
溶剂
温度
柱温控制
温度设定 (S): 25.0
温度高限 (L): 40.0
开始
Millennium32
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
利谷隆 项目 ...
14:00


利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)
W600
W2996
通用
事件
通道 1
通道 2
2D 数据采集 (O)
3D 数据采集 (C)
数据采集
开始波长 (S): 210.0
结束波长 (W): 400.0
采样速率 (A): 1.0
分辨率 (R): 1.2
数据延迟 (D)
数据传输速率是 37.92 KB/分钟 或 2.28 MB/小时
仪器控制
自动曝光 (U)
曝光时间 (T): 15.00
数字过滤器 (D)
过滤器响应 (P): 1.0
插入 656纳米 (I)
模拟信号输出
启用 1 模拟通道
启用 2 模拟通道
事件设定
启用事件监视 (B)
开始
Millennium32
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
利谷隆 项目 ...
14:00

利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 仪器方法编辑器

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 帮助(H)

W600 W2996

通用 事件 通道 1 通道 2

可编程事件

	时间	事件发生号	事件
1	0.00	发生事件1	脉动

开始 Millennium32 WATERS高效... Waters600_2... 处理服务器... 利谷隆 项目 ... 14:01

Waters600_2996 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 运行样品

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 进样(I) 操作(A) 定制(C) 诊断(D) 帮助(H)

只测试 出错时继续

样品名: 利谷隆

功能: 进标准样

方法组: 利谷隆

样品瓶: 1

进样体积: 10.0

运行时间: 10.00

创建方法组

选项...

W2996 在 254.00

AU 0.20 0.15 0.10 0.05 0.00

0.00 1.00 2.00 3.00 4.00 5.00 6.00 7.00 8.00 9.00 10.00

分钟

W2996

AU 0.00 -0.20 -0.40 -0.60 -0.80

220.00 240.00 260.00 280.00 300.00 320.00 340.00 360.00 380.00 400.00

波长

单一 样品 样品

温度 (℃)
色谱柱 25.0

流量 (毫升/分)
流量 0.80
%A 70.0
%B 30.0
%C 0.0
%D 0.0

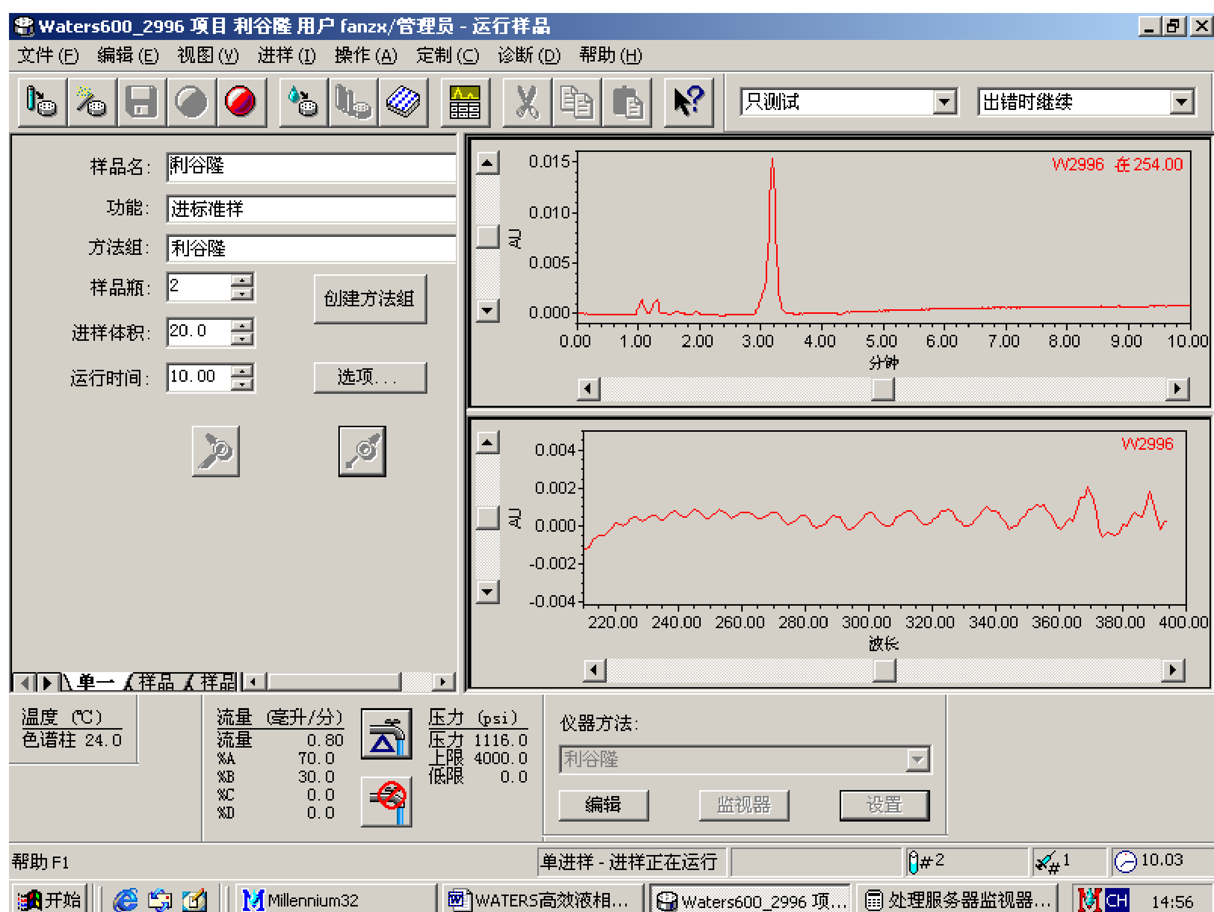
压力 (psi)
压力 1314.0
上限 4000.0
低限 0.0

仪器方法:
利谷隆

编辑 监视器 设置

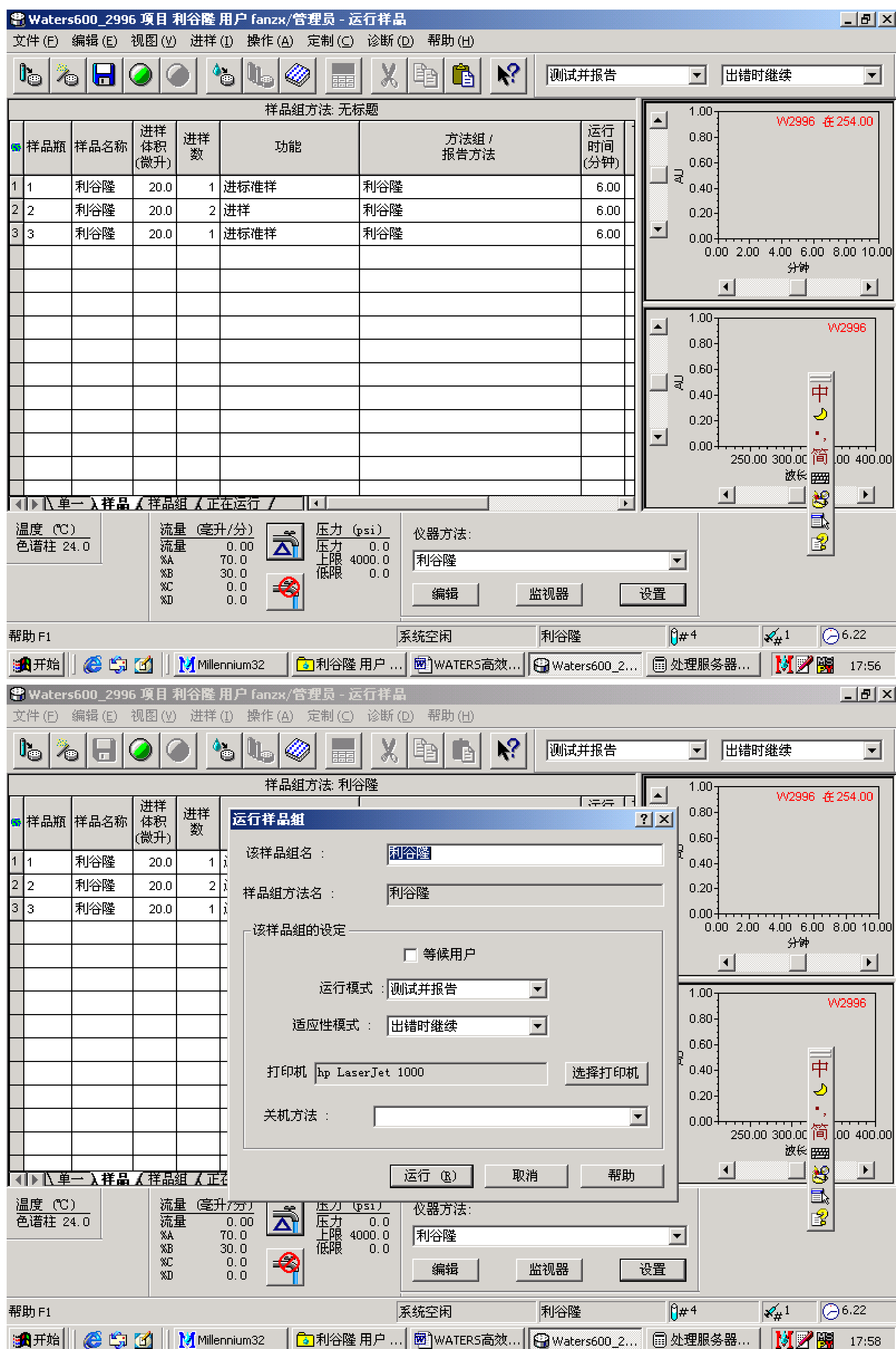
正在监视 1.38

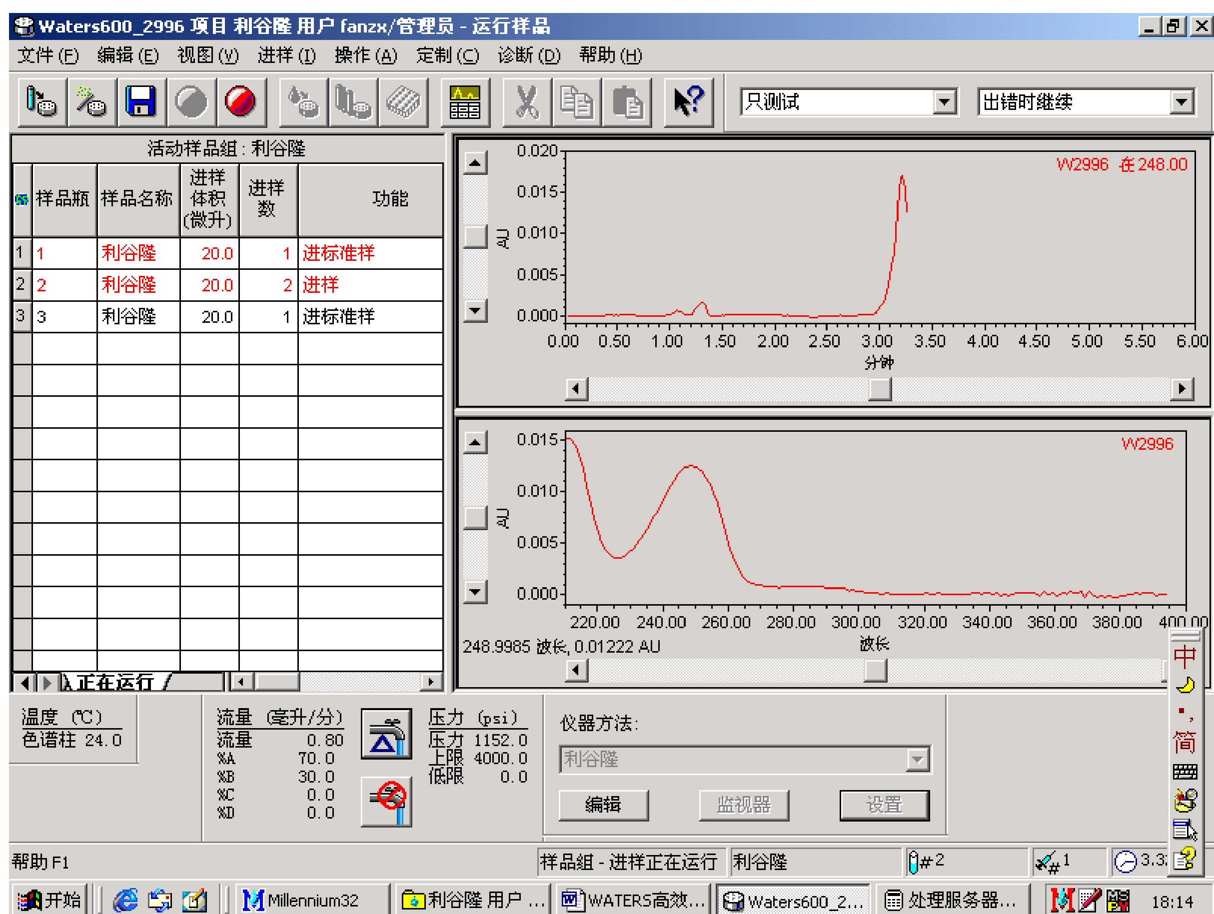
开始 Millennium32 WATERS高效... Waters600_2... 处理服务器... 14:04



2.2.2.2 样品组进样

在运行样品界面,用鼠标点击样品选项卡，编写样品组方法。存盘，起名。点击运行按钮运行。


Waters600_2996 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 运行样品
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 进样(I) 操作(A) 定制(C) 诊断(D) 帮助(H)
测试并报告
出错时继续
样品组方法: 无标题
样品瓶 样品名称 进样体积(微升) 进样数 功能 方法组/报告方法 运行时间(分钟)
1 利谷隆 20.0 1 进标准样 利谷隆 6.00
2 利谷隆 20.0 2 进样 利谷隆 6.00
3 利谷隆 20.0 1 进标准样 利谷隆 6.00
单一 样品 样品组 正在运行
W2996 在 254.00
分钟
W2996
波长
温度 (℃)
色谱柱 24.0
流量 (毫升/分)
流量 0.00
%A 70.0
%B 30.0
%C 0.0
%D 0.0
压力 (psi)
压力 0.0
上限 4000.0
低限 0.0
仪器方法:
利谷隆
编辑
监视器
设置
帮助 F1
系统空闲
利谷隆
开始
Millennium32
利谷隆 用户 ...
WAERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
17:56
样品组方法: 利谷隆
运行样品组
该样品组名:
利谷隆
样品组方法名:
利谷隆
该样品组的设定
等候用户
运行模式:
测试并报告
适应性模式:
出错时继续
打印机
hp LaserJet 1000
选择打印机
关机方法:
运行(R)
取消
帮助
17:58


Waters600_2996 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 运行样品
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 进样 (I) 操作 (A) 定制 (C) 诊断 (D) 帮助 (H)
只测试
出错时继续
活动样品组 : 利谷隆
样品瓶
样品名称
进样体积(微升)
进样数
功能
1 利谷隆 20.0 1 进标准样
2 利谷隆 20.0 2 进样
3 利谷隆 20.0 1 进标准样
正在运行
W2996 在 248.00
AU
分钟
W2996
248.9985 波长, 0.01222 AU
波长
温度 (℃)
色谱柱 24.0
流量 (毫升/分)
流量 0.80
%A 70.0
%B 30.0
%C 0.0
%D 0.0
压力 (psi)
压力 1152.0
上限 4000.0
低限 0.0
仪器方法:
利谷隆
编辑
监视器
设置
帮助 F1
样品组 - 进样正在运行
利谷隆
开始
Millennium32
利谷隆 用户 ...
WATERS高效...
Waters600_2...
处理服务器...
18:14

第三章　数据的处理

3.1 创建方法组定量分析

3.1.1 创建处理方法

处理方法用于定义软件对未处理数据进行处理的方式。它包含在方法组中，指示软件进行以下操作：

- 积分数据
- 校正标准样
- 定量未知样

注：　要创建处理方法，必须要有数据。采集数据，完成指南中的操作和采集数据。按照该指南，应在方法组中定义处理和报告方法前采集数据。

3.1.1.1 定量分析步骤

后处理方式(先采集数据，然后定量计算)

外标法：单点校正

从工作站的主界面选择相应的“项目”后，双击“浏览项目”，选择要浏览的项目，确定后开始加载。在项目界面下的通道选项卡上，选择标准品文件，双击进入主窗口（或者从“窗口”下拉式菜单中进入“主窗口”），点击提取色谱快捷键，显示色谱图。点击处理方法指南 → 新建处理方法 →PDA→ 下一步 → 下一步 → 用鼠标拖放选择积分范围→ 下一步 →

可选择最小面积或高度（鼠标变手形后单击色谱峰变红色。注意最小峰面积或峰高不能选择太大，否则可能对未知样峰面积在阈值以下，无法完成定量分析） →下一步 →下一步→ 输入色谱峰名称 →下一步 → 外部标准校正 → 下一步 → 选择基线→ 下一步 → 下一步→ 输入方法名如：利谷隆→ 完成。返回主窗口界面。

我的文档 连接到 Internet
我的电脑 Microsoft Word
网上邻居 画图
回收站 Acrobat Reader 5.0
Internet Explorer
Millennium32 登录
Windows 资源管理器

Millennium32
文件 (F) 视图 (V) 工具 (T) 帮助 (H)
数据库: Local 用户: System
登录 (L)... 注销 (O)
项目: 除草剂利谷隆
运行样品 浏览项目 配置系统
处理数据 查看数据 打印数据

浏览项目

使用 '浏览项目' 来打开 Millennium32 项目窗口.

从显示的清单中选择项目.

使用 '项目' 窗口来:
- 新建采集, 操作和报告方法.
- 在项目间复制方法和数据或者复制方法和数据到驱动器上的文件夹中.
- 查看数据.
- 预览数据.
- 采集数据.

浏览的项目
Defaults
MBT
waters
除草剂利谷隆
辛硫磷
杨丰科

确定 取消 帮助

开始 Millennium32 WATERS高效液相色谱... CH 10:51

除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 项目

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 工具 (T) 数据库 (D) 帮助 (H)

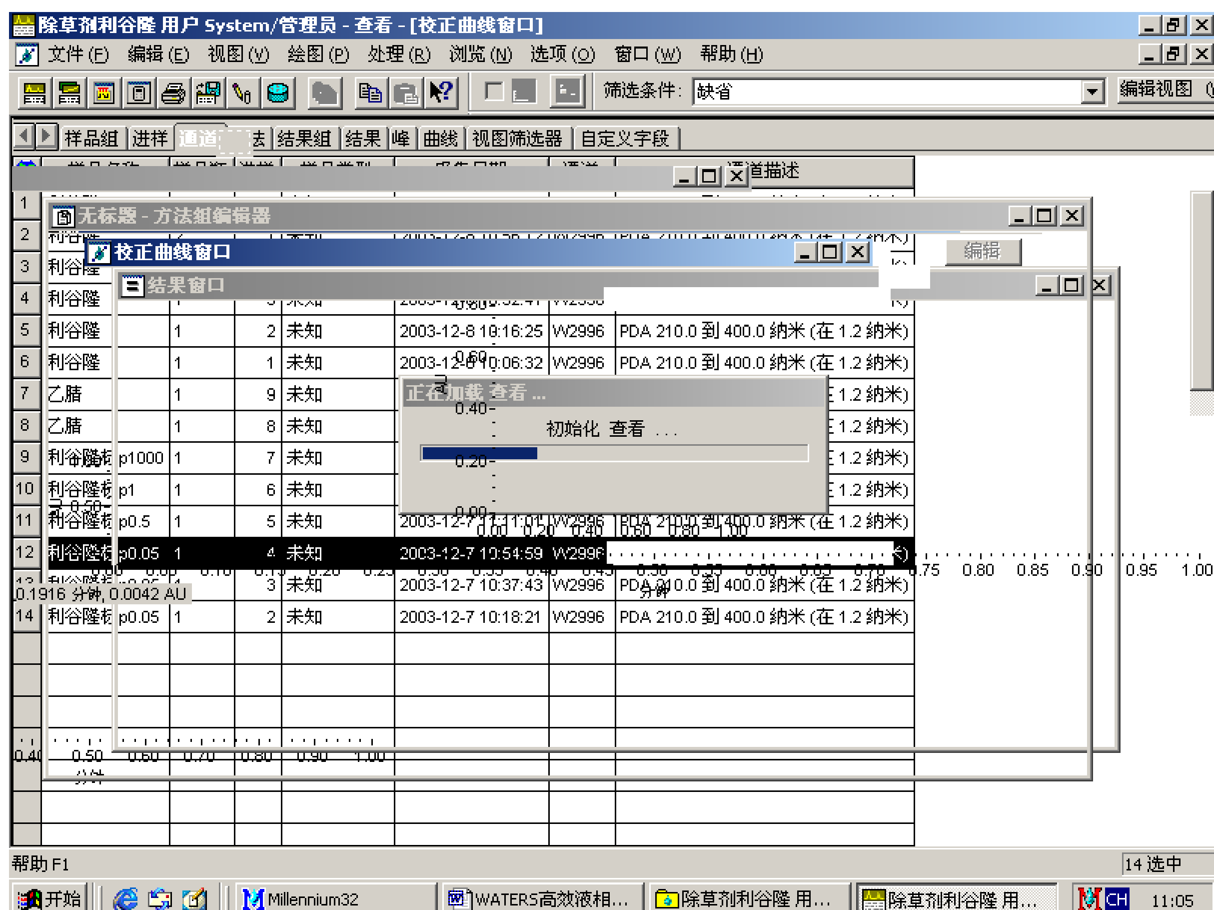
筛选条件: 缺省 编辑视图

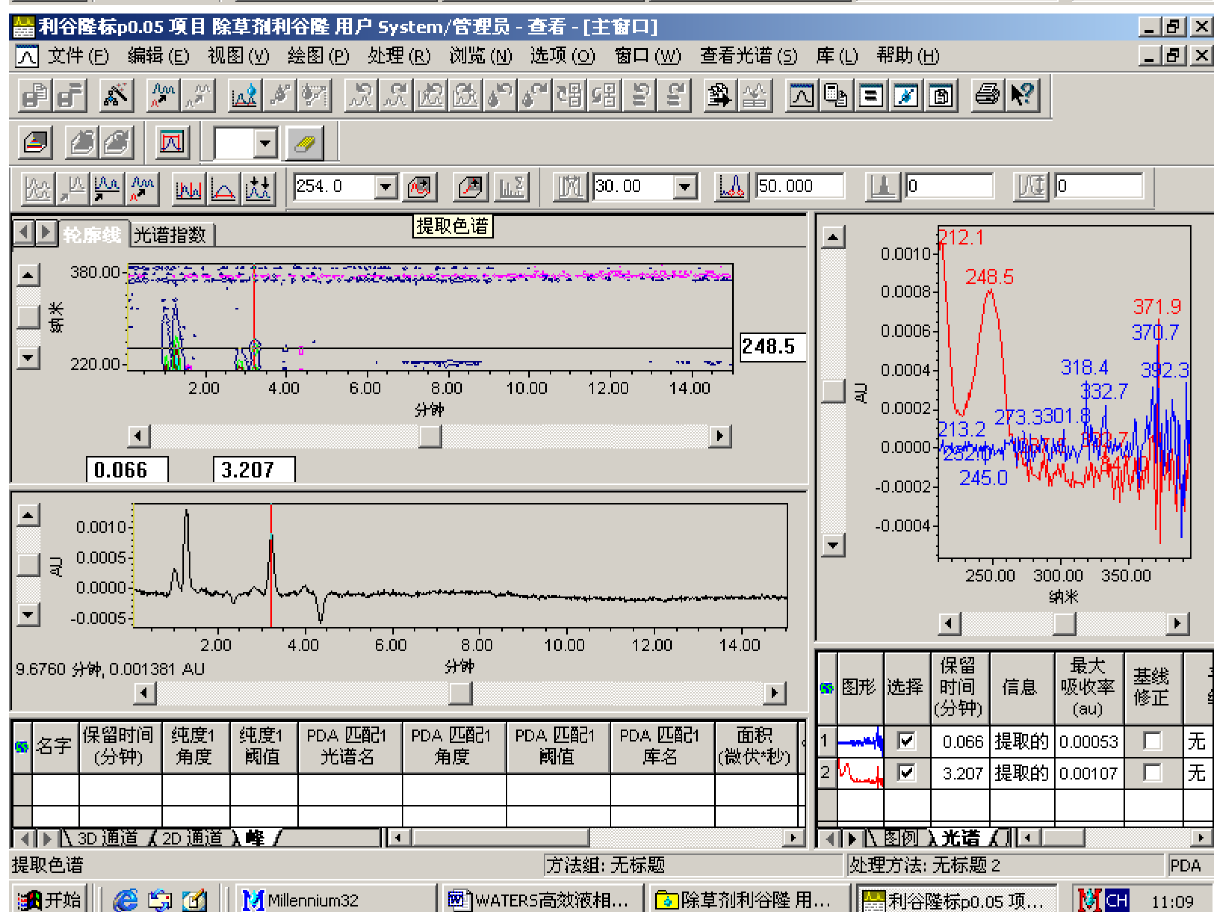
样品组 | 进样 | 通道 | 方法 | 结果组 | 结果 | 峰 | 曲线 | 视图筛选器 | 自定义字段

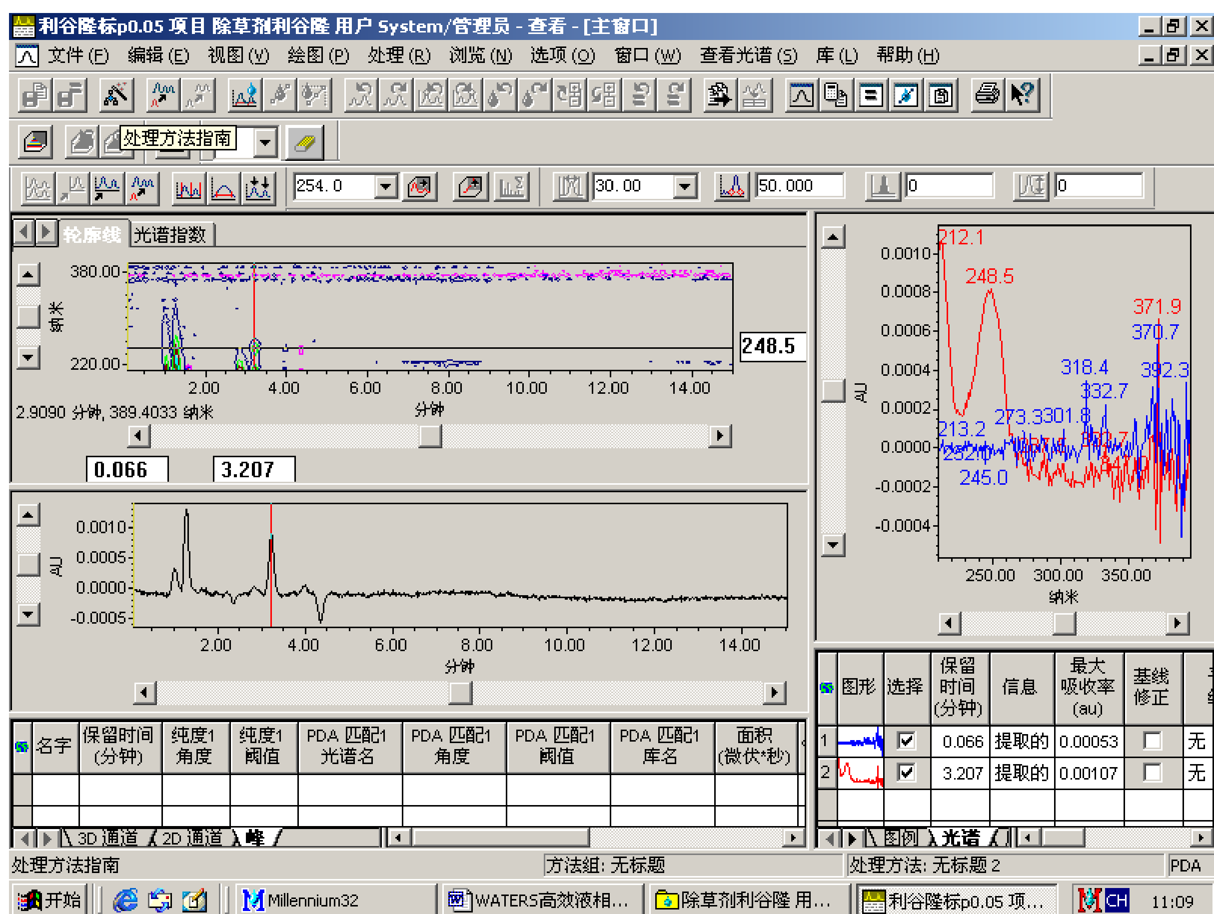
	样品名称	样品瓶	进样	样品类型	采集日期	通道	通道描述
1	利谷隆	3	1	未知	2003-12-8 11:07:21	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
2	利谷隆	2	1	未知	2003-12-8 10:56:12	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
3	利谷隆	1	1	未知	2003-12-8 10:45:34	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
4	利谷隆	1	3	未知	2003-12-8 10:32:41	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
5	利谷隆	1	2	未知	2003-12-8 10:16:25	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
6	利谷隆	1	1	未知	2003-12-8 10:06:32	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
7	乙腈	1	9	未知	2003-12-7 12:19:56	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
8	乙腈	1	8	未知	2003-12-7 12:01:33	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
9	利谷隆标p1000	1	7	未知	2003-12-7 11:44:05	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
10	利谷隆标p1	1	6	未知	2003-12-7 11:27:53	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
11	利谷隆标p0.5	1	5	未知	2003-12-7 11:11:01	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
12	利谷隆标p0.05	1	4	未知	2003-12-7 10:54:59	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
13	利谷隆标p0.05	1	3	未知	2003-12-7 10:37:43	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
14	利谷隆标p0.05	1	2	未知	2003-12-7 10:18:21	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)

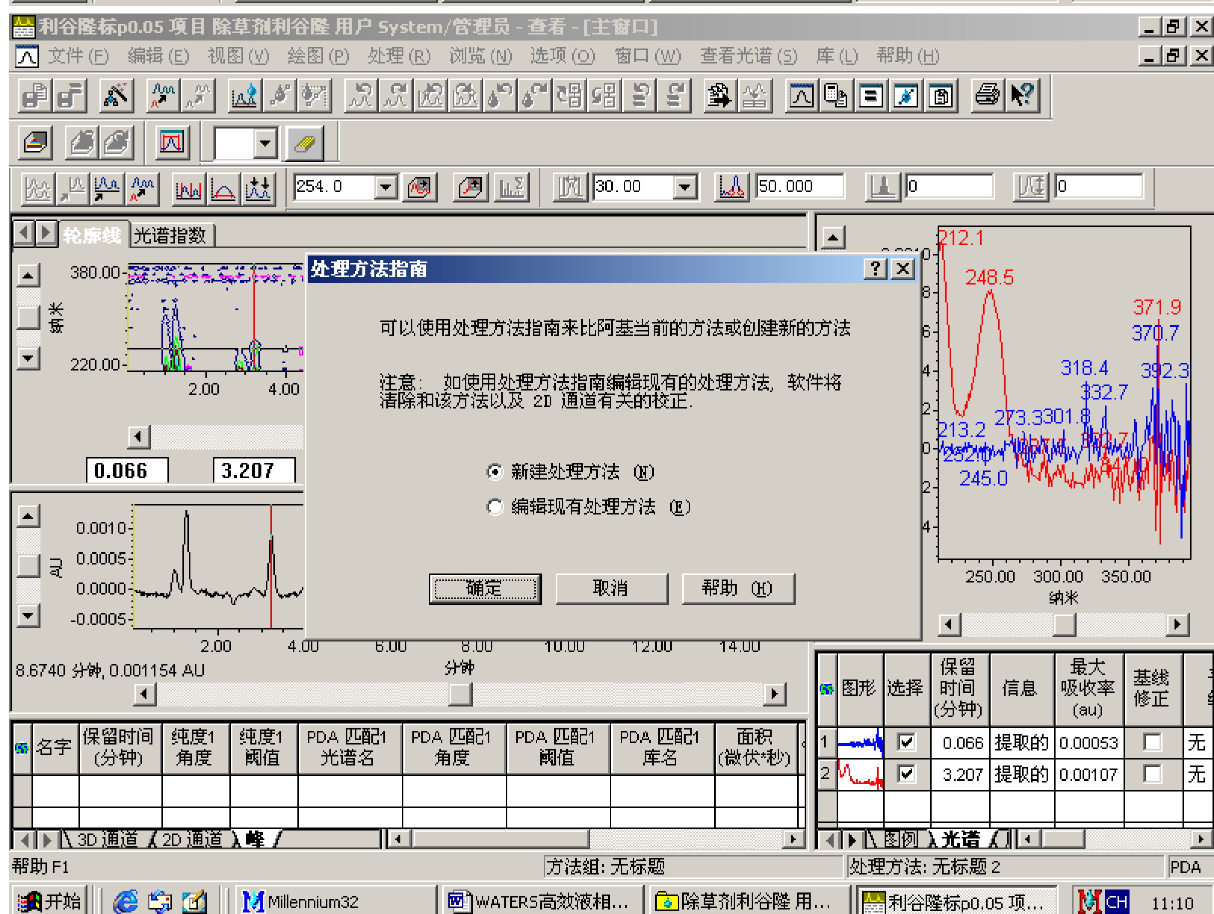
帮助 F1 14 选中

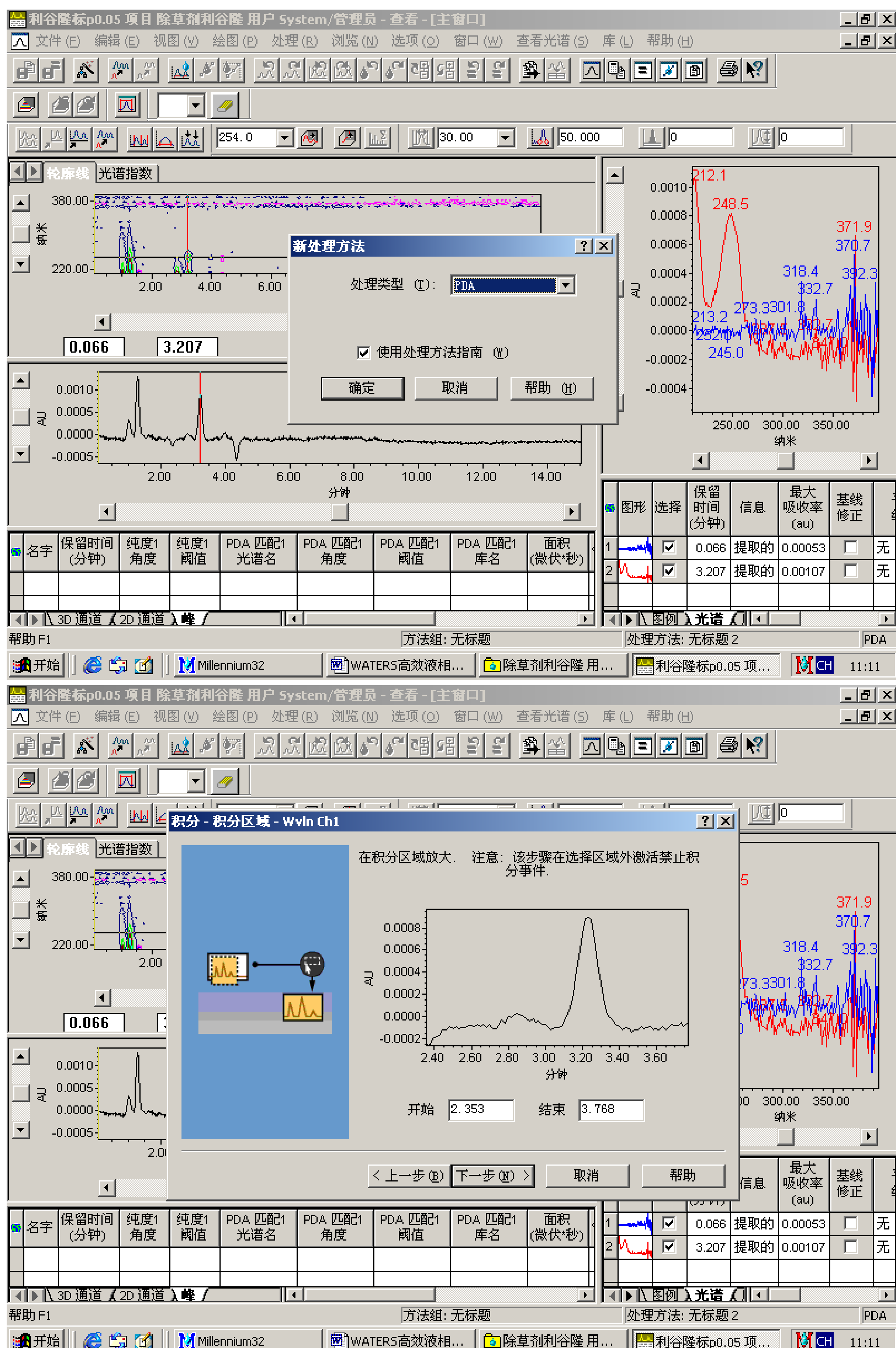
开始 Millennium32 WATERS高效液相色谱... 除草剂利谷隆 用户 Syst... CH 10:53


除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [校正曲线窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)
筛选条件: 缺省
编辑视图
样品组 进样 通道 结果组 结果 峰 曲线 视图筛选器 自定义字段
无标题 - 方法组编辑器
校正曲线窗口
结果窗口
正在加载 查看 ...
初始化 查看 ...
2003-12-8 10:16:25 W2996 PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
2003-12-7 10:54:59 W2996
2003-12-7 10:37:43 W2996 PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
2003-12-7 10:18:21 W2996 PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
0.1916 分钟, 0.0042 AU
帮助 F1
14 选中
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
11:05

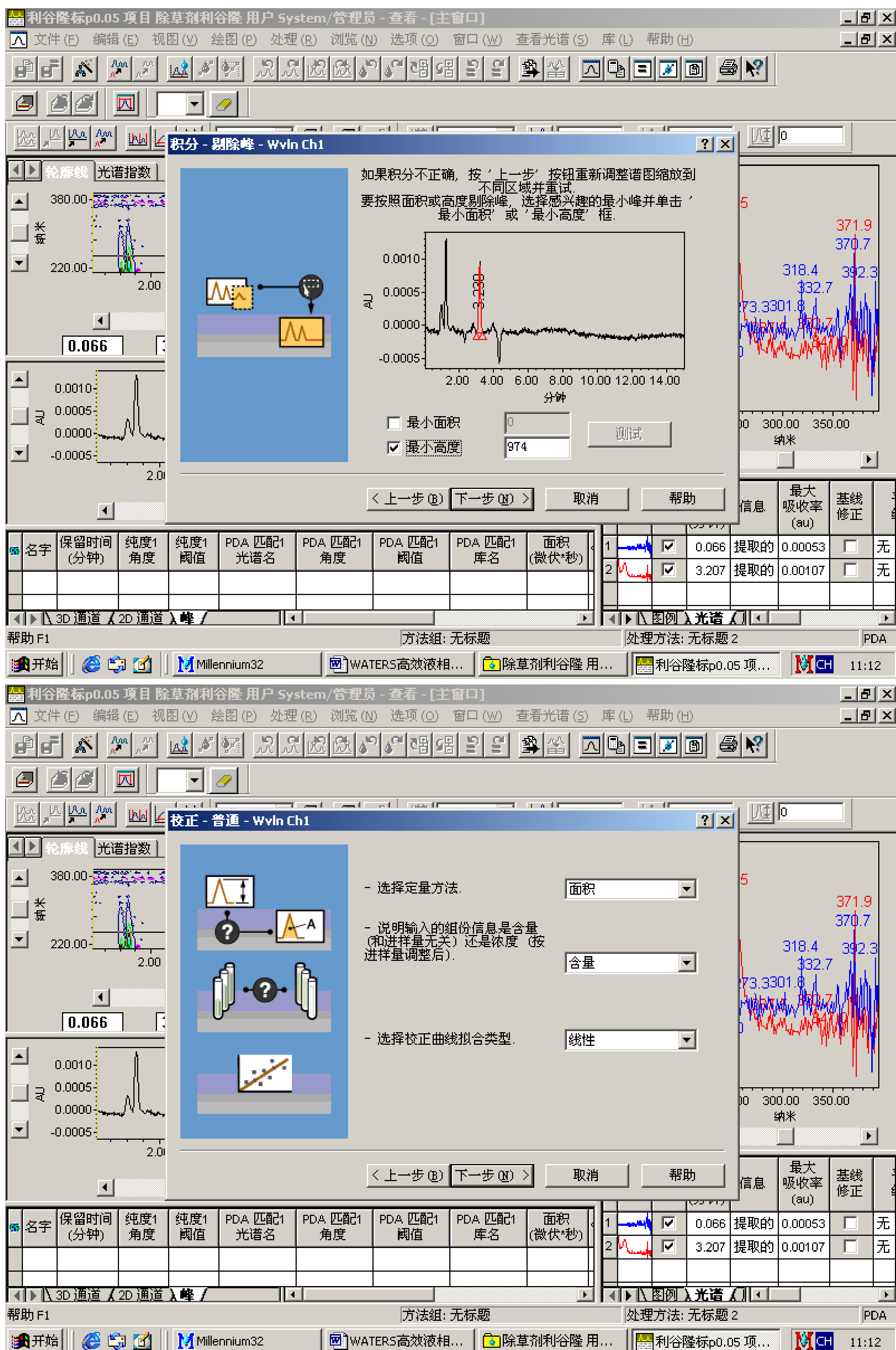

利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [主窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 查看光谱(S) 库(L) 帮助(H)
轮廓线 光谱指数
提取色谱
分钟
纳米
248.5
0.066
3.207
9.6760 分钟, 0.001381 AU
212.1
371.9
370.7
318.4
392.3
332.7
273.3
301.8
213.2
245.0
图形 选择 保留时间(分钟) 信息 最大吸收率(au) 基线修正
0.066 提取的 0.00053 无
3.207 提取的 0.00107 无
名字 保留时间(分钟) 纯度1角度 纯度1阈值 PDA 匹配1光谱名 PDA 匹配1角度 PDA 匹配1阈值 PDA 匹配1库名 面积(微伏*秒)
3D 通道 2D 通道 峰
图例 光谱
提取色谱
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 2
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:09

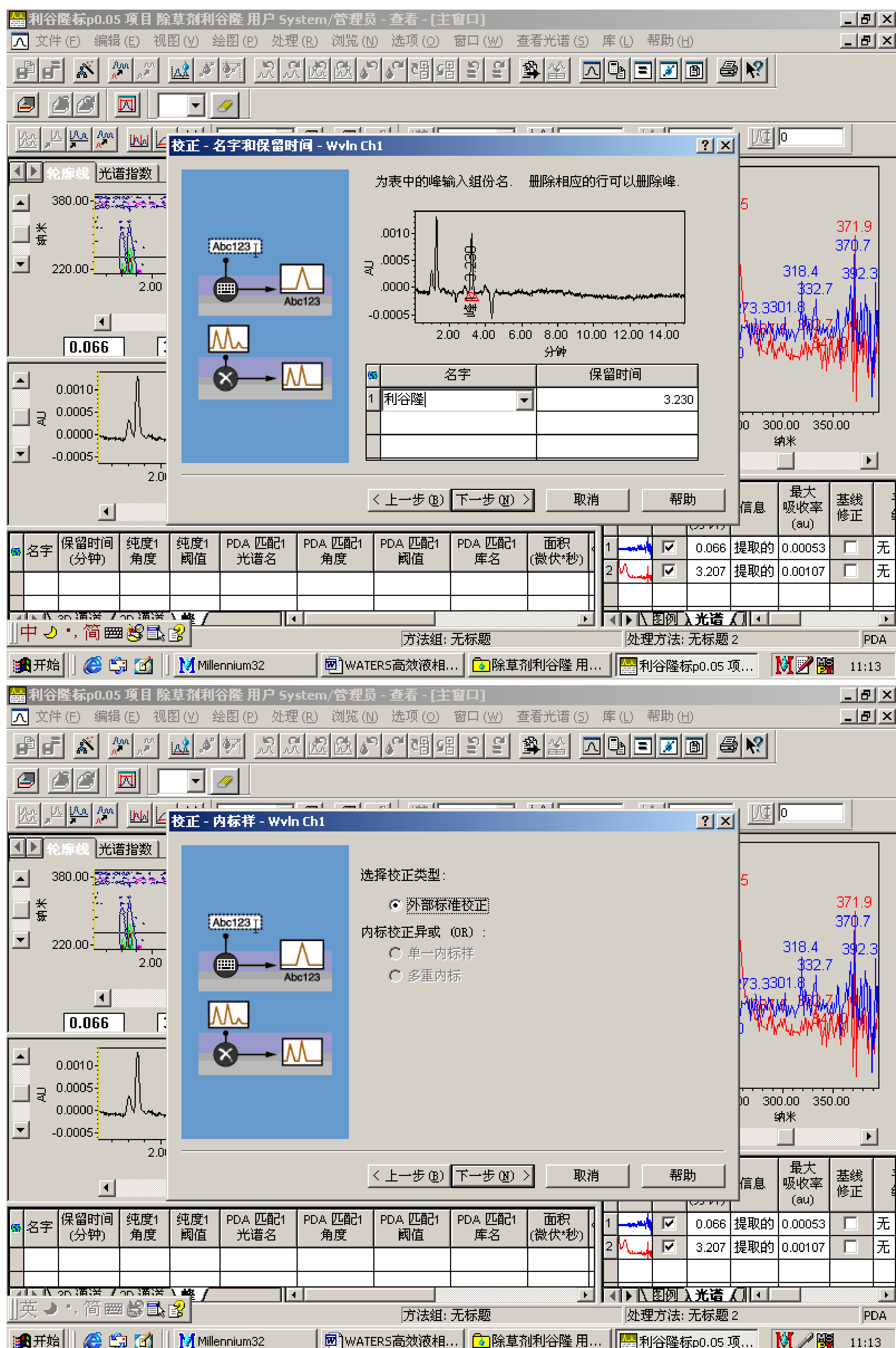

利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [主窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 查看光谱(S) 库(L) 帮助(H)
处理方法指南
254.0
30.00
50.000
轮廓线
光谱指数
纳米
2.9090 分钟, 389.4033 纳米
分钟
248.5
0.066
3.207
AU
名字
保留时间 (分钟)
纯度1 角度
纯度1 阈值
PDA 匹配1 光谱名
PDA 匹配1 角度
PDA 匹配1 阈值
PDA 匹配1 库名
面积 (微伏*秒)
3D 通道
2D 通道
峰
图形
选择
保留 时间 (分钟)
信息
最大 吸收率 (au)
基线 修正
0.066 提取的 0.00053 无
3.207 提取的 0.00107 无
图例
光谱
处理方法指南
方法组: 无标题
处理方法: 无标题2
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:09


利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [主窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 查看光谱(S) 库(L) 帮助(H)
处理方法指南
可以使用处理方法指南来比阿基当前的方法或创建新的方法
注意: 如使用处理方法指南编辑现有的处理方法, 软件将清除和该方法以及 2D 通道有关的校正.
新建处理方法 (N)
编辑现有处理方法 (E)
确定
取消
帮助 (H)
8.6740 分钟, 0.001154 AU
0.066
3.207
0.066 提取的 0.00053 无
3.207 提取的 0.00107 无
帮助 F1
方法组: 无标题
处理方法: 无标题2
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:10

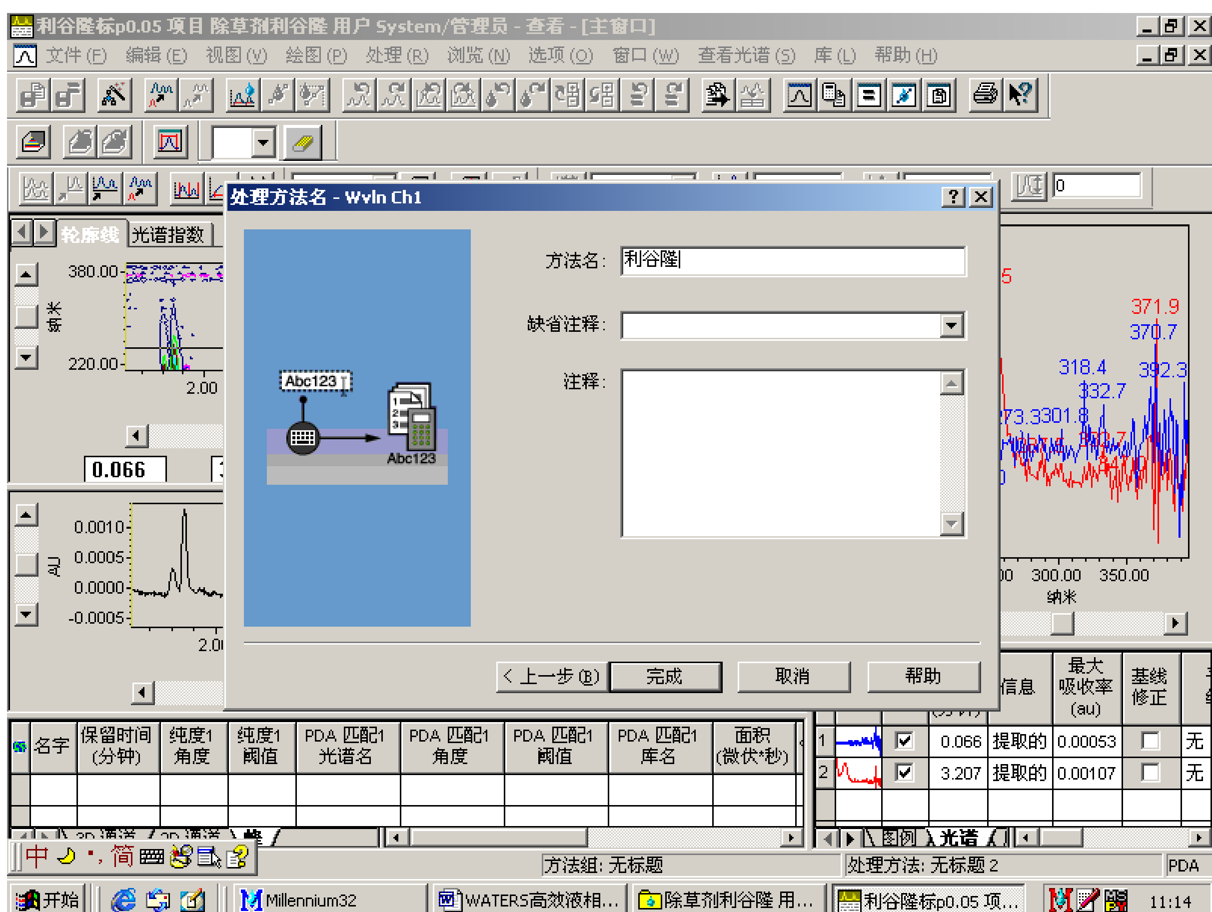


利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [主窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 查看光谱(S) 库(L) 帮助(H)
254.0
30.00
50.000
轮廓线
光谱指数
380.00
220.00
纳米
0.066
3.207
新处理方法
处理类型 (T):
PDA
使用处理方法指南 (W)
确定
取消
帮助 (H)
AU
分钟
212.1
248.5
371.9
370.7
318.4
392.3
332.7
213.2
273.3301.8
245.0
250.00
300.00
350.00
图形
选择
保留时间(分钟)
信息
最大吸收率(au)
基线修正
提取的
0.00053
0.00107
无
名字
保留时间(分钟)
纯度1角度
纯度1阈值
PDA 匹配1光谱名
PDA 匹配1角度
PDA 匹配1阈值
PDA 匹配1库名
面积(微伏*秒)
3D 通道
2D 通道
峰
图例
光谱
帮助 F1
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 2
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:11
积分 - 积分区域 - Wvln Ch1
在积分区域放大. 注意: 该步骤在选择区域外激活禁止积分事件.
2.353
结束
3.768
< 上一步 (B)
下一步 (N) >

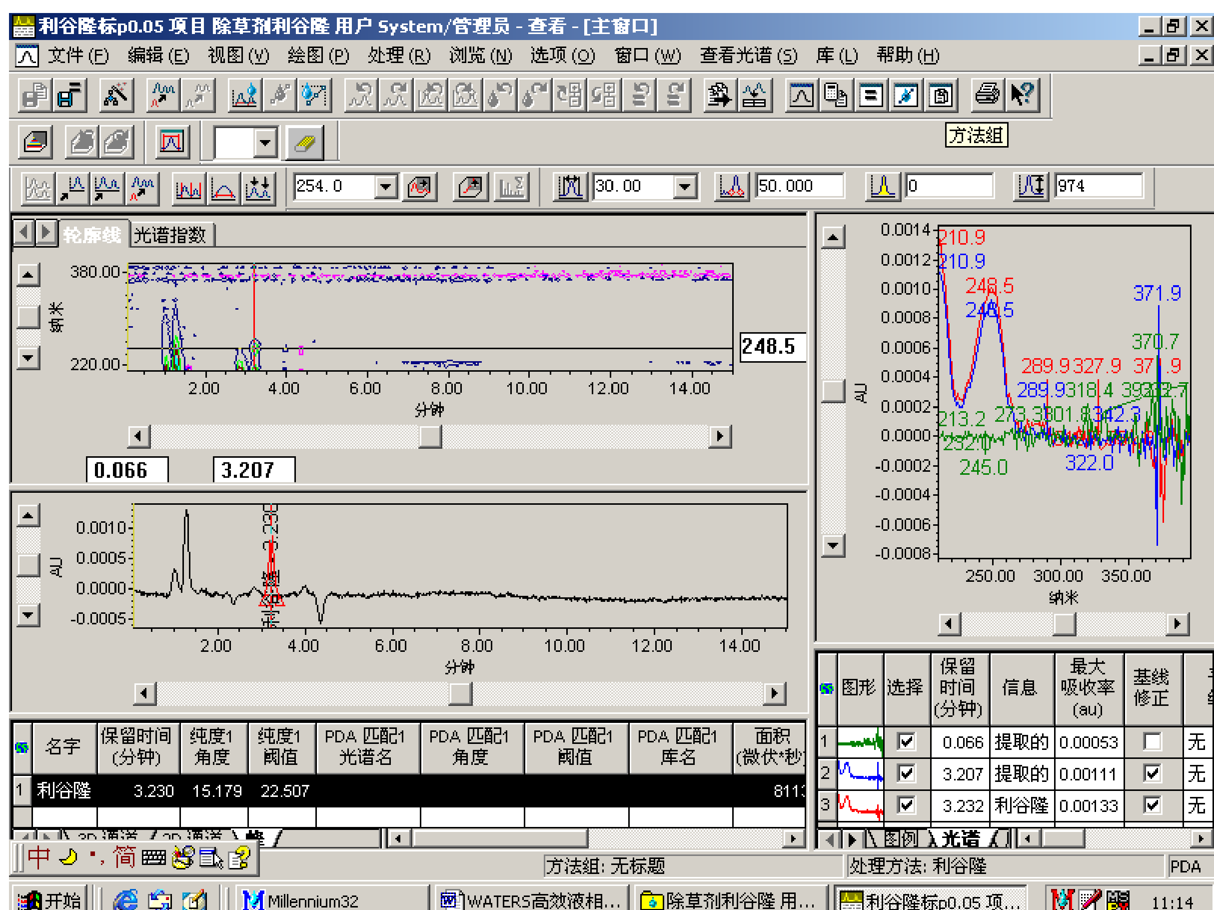

积分 - 剔除峰 - Wvln Ch1
如果积分不正确，按'上一步'按钮重新调整谱图缩放到不同区域并重试。
要按照面积或高度剔除峰，选择感兴趣的最小峰并单击'最小面积'或'最小高度'框。
最小面积
最小高度
974
测试
< 上一步(B)
下一步(N) >
取消
帮助
校正 - 普通 - Wvln Ch1
- 选择定量方法.
面积
- 说明输入的组份信息是含量(和进样量无关)还是浓度(按进样量调整后).
含量
- 选择校正曲线拟合类型.
线性
< 上一步(B)
下一步(N) >
取消
帮助



校正 - 名字和保留时间 - Wvln Ch1
为表中的峰输入组份名．　删除相应的行可以删除峰．
名字
保留时间
利谷隆
3.230
< 上一步(B)
下一步(N) >
取消
帮助
校正 - 内标样 - Wvln Ch1
选择校正类型：
外部标准校正
内标校正异或 (OR)：
单一内标样
多重内标



点击方法组，选择采集分析数据时用的仪器方法，点击文件保存到方法组，如利谷隆。关闭返回主窗口界面。接着点击修改样品快捷键，将样品类型由未知改为标准样。点击量快捷键，输入量值和单位。将鼠标点击组分处，选择点击从方法组复制快捷键，如：利谷隆，打开，确定。退出存盘。点击视图更新。原来未知样处变为标准样。此时，校正曲线建立完毕。双击标准样文件，文件打开方法组，如：利谷隆，按校正曲线快捷键即可显示校正曲线。



利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [无标题 - 方法组编辑器]

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 绘图 (P) 处理 (R) 浏览 (N) 选项 (O) 窗口 (W) 帮助 (H)

- 新建 (N)
- 打开 (O)...
- 保存 (S)...
  - 处理方法 (P)
  - 方法组 (S)
  - 校正 (C)
  - 结果 (R)
  - 色谱图 (H)
  - 全部 (A)
- 另存为 (A)...
- 重置 (R)
- 打印 (P)...
- 打印预览 (V)...
- 页面设定 (U)...
- 保存参数 (F)
- 删除参数选择 (D)
- 退出 (X)

仪器方法 利谷隆 编辑

缺省处理方法 利谷隆

缺省报告方法 编辑

	通道名	处理方法	报告方法
1	Wvln Ch1	利谷隆	

导出方法

PDA 3D 背景扣除

☐ 保存提取的通道

☐ 提取数据后删除 3D 通道

方法组: 无标题　处理方法: 利谷隆　PDA

开始　Millennium32　WATERS高效液相...　除草剂利谷隆 用...　利谷隆标p0.05 项...　11:15

除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 项目

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 工具 (T) 数据库 (D) 帮助 (H)

筛选条件: 缺省 编辑视图

样品组 | 进样 | 通道 | 方 修改样品 组 | 结果 | 峰 | 曲线 | 视图筛选器 | 自定义字段

	样品名称	样品瓶	进样	样品类型	采集日期	通道	通道描述
1	利谷隆	3	1	未知	2003-12-8 11:07:21	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
2	利谷隆	2	1	未知	2003-12-8 10:56:12	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
3	利谷隆	1	1	未知	2003-12-8 10:45:34	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
4	利谷隆	1	3	未知	2003-12-8 10:32:41	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
5	利谷隆	1	2	未知	2003-12-8 10:16:25	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
6	利谷隆	1	1	未知	2003-12-8 10:06:32	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
7	乙腈	1	9	未知	2003-12-7 12:19:56	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
8	乙腈	1	8	未知	2003-12-7 12:01:33	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
9	利谷隆标p1000	1	7	未知	2003-12-7 11:44:05	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
10	利谷隆标p1	1	6	未知	2003-12-7 11:27:53	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
11	利谷隆标p0.5	1	5	未知	2003-12-7 11:11:01	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
12	利谷隆标p0.05	1	4	未知	2003-12-7 10:54:59	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
13	利谷隆标p0.05	1	3	未知	2003-12-7 10:37:43	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
14	利谷隆标p0.05	1	2	未知	2003-12-7 10:18:21	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)

开始修改样品 14 选中

开始 Millennium32 WATERS高效液相色谱… 除草剂利谷隆 用户 Syst… CH 11:16

样品 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 修改 样品

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)

	样品瓶	标签	样品类型	样品名称	方法组 / 报告方法	级别	样品重量
1	1		标准样	利谷隆标p0.05	利谷隆	1	1.00000

帮助 F1

帮助 F1 14 选中

开始 Millennium32 WATERS高效液相色谱… 除草剂利谷隆 用户 Syst… CH 11:16

样品 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 修改 样品

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)

	样品瓶	标签	样品类型	样品名称	方法组 / 报告方法	级别	样品重量
1	1		标准样	利谷隆标p0.05	利谷隆	1	1.00000

打开组份编辑器

帮助 F1　　14 选中

开始　Millennium32　WATERS高效液相色谱...　除草剂利谷隆 用户 Syst...　CH 11:17

组份编辑器

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)

样品组类型：仅标准

当前瓶样
行 ： 1　　样品　从方法组复制　水平 ： 1　　类型　标准样

组份

值　dn/dc (样品瓶)

	组份	值 (标准样)	单位 (瓶样)
1	利谷隆	0.050000	mg/kg

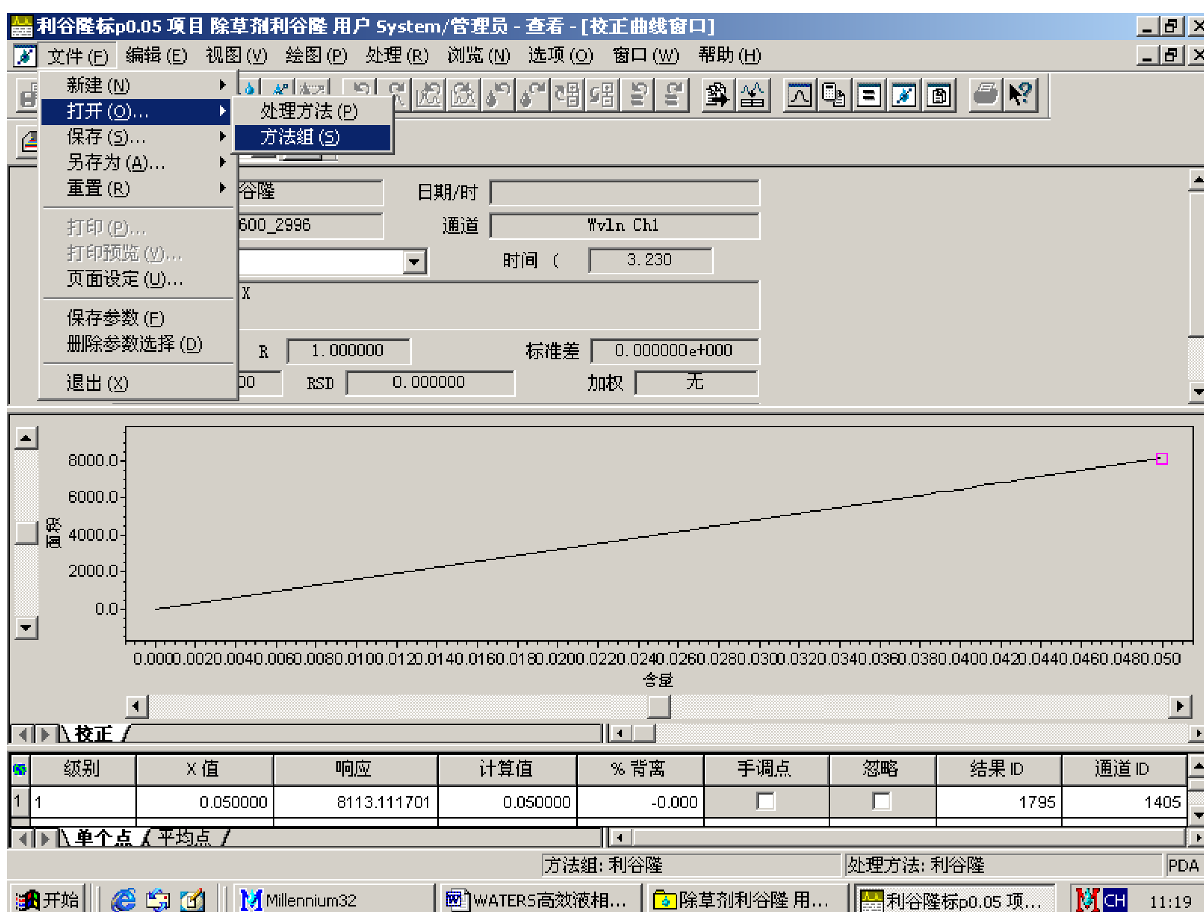
当前 全部样品

上一步 (P)　下一步 (N)　确定　取消

帮助 F1　NUM

帮助 F1　　14 选中

开始　Millennium32　WATERS高效液相色谱...　除草剂利谷隆 用户 Syst...　CH 11:17

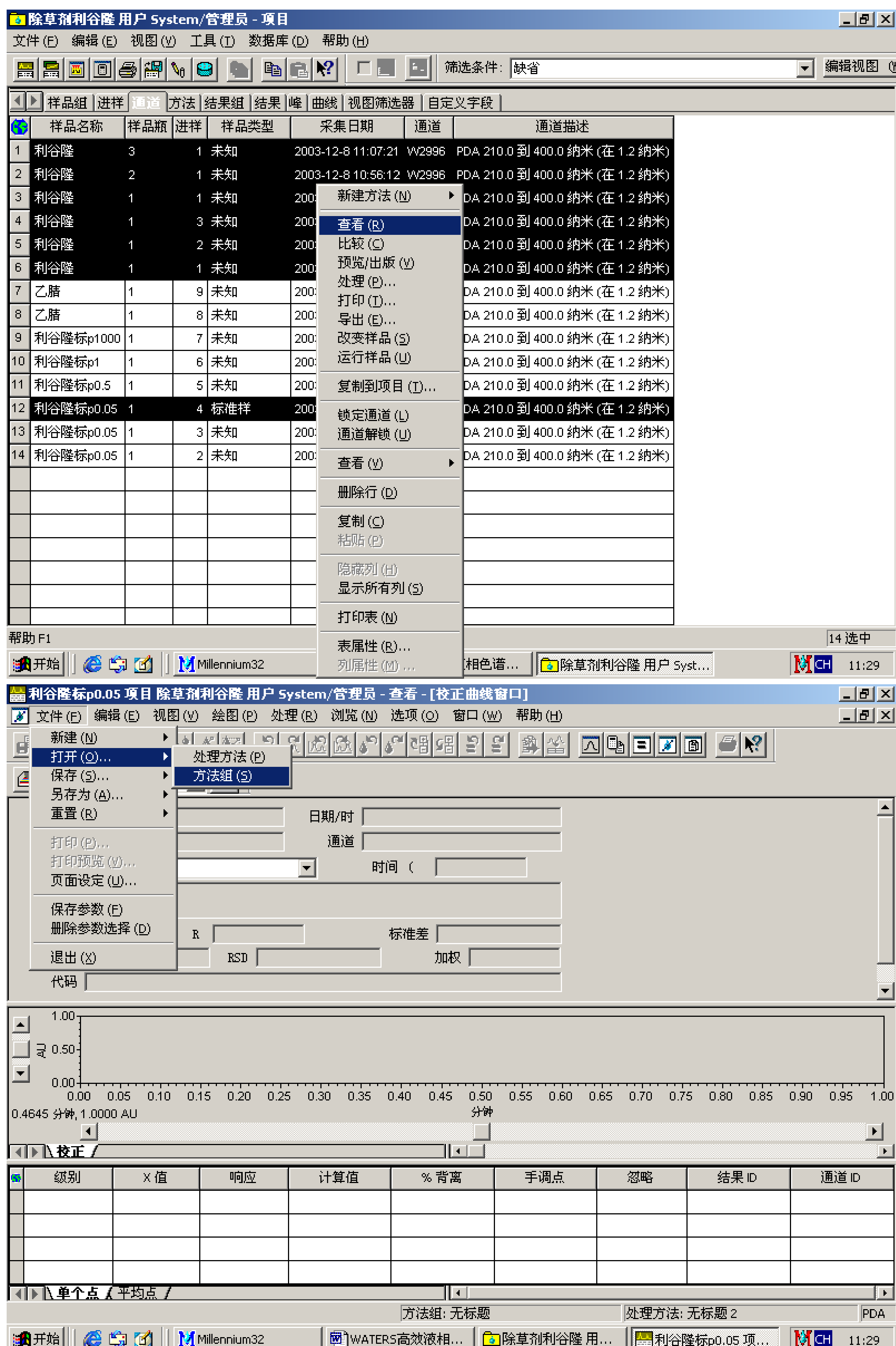


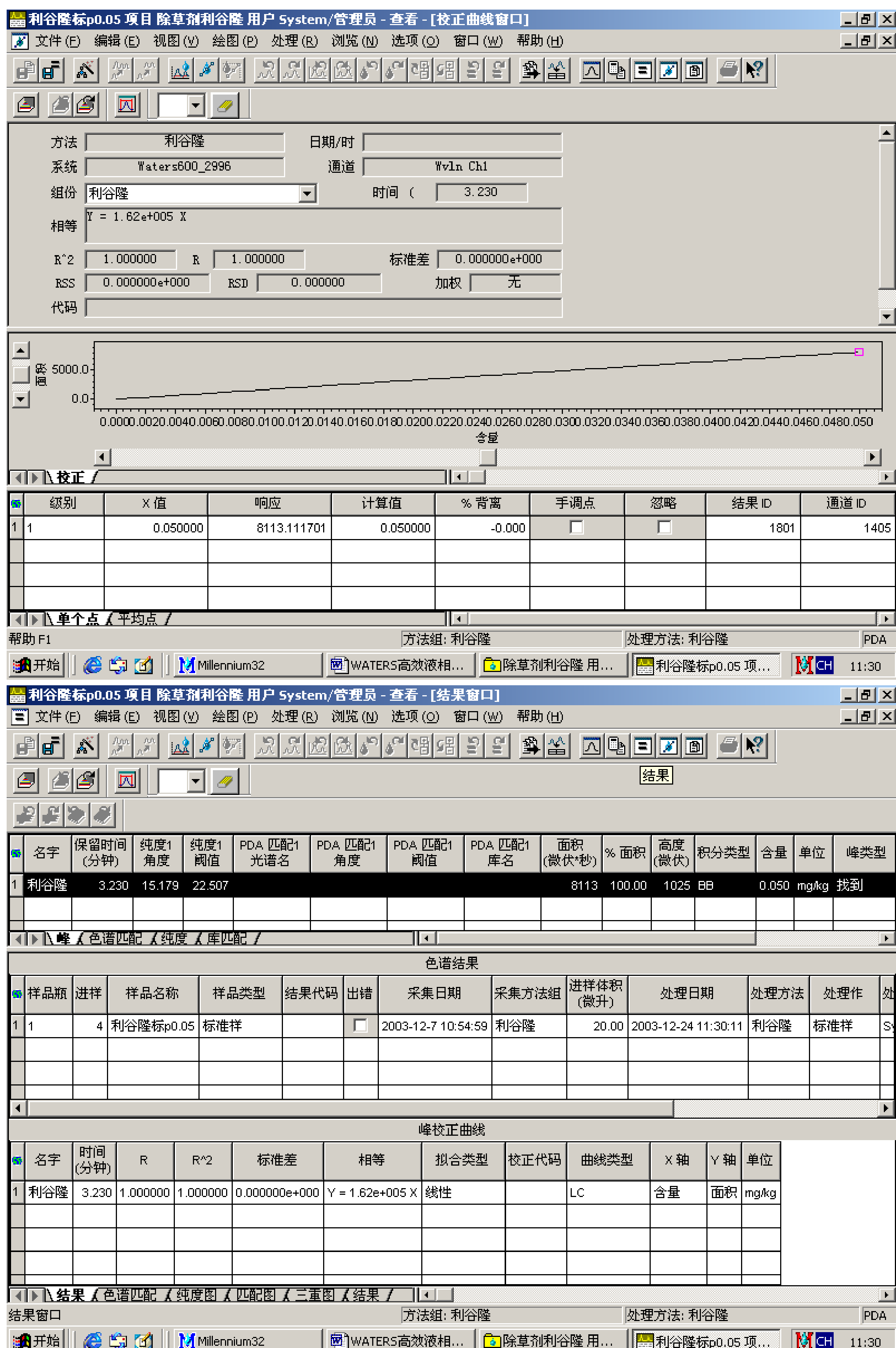
点击文件保存校正，供分析计算时调用。**注意：在分析未知样品时必须将建立校正曲线的文件选上（共同涂黑）。**

未知样结果计算

将校正曲线文件和待定量的未知样品文件选上，右键查看，调入文件， 打开方法组，如：利谷隆，可以显示校正曲线图。按结果快捷键，按下一个 3D 通道，即可依次显示出未知样品的计算结果。

百分含量计算结果操作如下：在项目通道中选中标准样品文件，点击上方修改样品快捷键，在表单中填入标准样品的称样量，在量的快捷键表上值里填上标准样品的百分含量值（如 99%填写 99）。在未知样品表单中也同样填入。最后一起涂黑计算。


除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 项目
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 工具 (T) 数据库 (D) 帮助 (H)
筛选条件: 缺省
编辑视图
样品组 进样 通道 方法 结果组 结果 峰 曲线 视图筛选器 自定义字段
样品名称 样品瓶 进样 样品类型 采集日期 通道 通道描述
新建方法 (N)
查看 (R)
比较 (C)
预览/出版 (V)
处理 (P)...
打印 (T)...
导出 (E)...
改变样品 (S)
运行样品 (U)
复制到项目 (T)...
锁定通道 (L)
通道解锁 (U)
查看 (V)
删除行 (D)
复制 (C)
粘贴 (P)
隐藏列 (H)
显示所有列 (S)
打印表 (N)
表属性 (R)...
列属性 (M) ...
帮助 F1
14 选中
利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [校正曲线窗口]
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 绘图 (P) 处理 (R) 浏览 (N) 选项 (O) 窗口 (W) 帮助 (H)
新建 (N)
打开 (O)...
保存 (S)...
另存为 (A)...
重置 (R)
打印 (P)...
打印预览 (V)...
页面设定 (U)...
保存参数 (F)
删除参数选择 (D)
退出 (X)
处理方法 (P)
方法组 (S)
日期/时
通道
时间
标准差
加权
代码
0.4645 分钟, 1.0000 AU
分钟
校正
级别 X 值 响应 计算值 % 背离 手调点 忽略 结果 ID 通道 ID
单个点 平均点
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 2
开始
Millennium32
WAREES高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:29


利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [校正曲线窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)
方法 利谷隆
日期/时
系统 Waters600_2996
通道 Wvln Ch1
组份 利谷隆
时间 (3.230
相等 Y = 1.62e+005 X
R^2 1.000000
R 1.000000
标准差 0.000000e+000
RSS 0.000000e+000
RSD 0.000000
加权 无
代码
5000.0
0.0
含量
校正
级别 | X 值 | 响应 | 计算值 | % 背离 | 手调点 | 忽略 | 结果 ID | 通道 ID
1 | 0.050000 | 8113.111701 | 0.050000 | -0.000 | | | 1801 | 1405
单个点 平均点
帮助 F1
方法组: 利谷隆
处理方法: 利谷隆
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:30
利谷隆标p0.05 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [结果窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)
结果
名字 | 保留时间(分钟) | 纯度1角度 | 纯度1阈值 | PDA 匹配1光谱名 | PDA 匹配1角度 | PDA 匹配1阈值 | PDA 匹配1库名 | 面积(微伏*秒) | % 面积 | 高度(微伏) | 积分类型 | 含量 | 单位 | 峰类型
利谷隆 | 3.230 | 15.179 | 22.507 | | | | | 8113 | 100.00 | 1025 | BB | 0.050 | mg/kg | 找到
峰 色谱匹配 纯度 库匹配
色谱结果
样品瓶 | 进样 | 样品名称 | 样品类型 | 结果代码 | 出错 | 采集日期 | 采集方法组 | 进样体积(微升) | 处理日期 | 处理方法 | 处理作
1 | 4 | 利谷隆标p0.05 | 标准样 | | | 2003-12-7 10:54:59 | 利谷隆 | 20.00 | 2003-12-24 11:30:11 | 利谷隆 | 标准样
峰校正曲线
名字 | 时间(分钟) | R | R^2 | 标准差 | 相等 | 拟合类型 | 校正代码 | 曲线类型 | X 轴 | Y 轴 | 单位
利谷隆 | 3.230 | 1.000000 | 1.000000 | 0.000000e+000 | Y = 1.62e+005 X | 线性 | | LC | 含量 | 面积 | mg/kg
结果 色谱匹配 纯度图 匹配图 三重图 结果
结果窗口
方法组: 利谷隆
处理方法: 利谷隆
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
除草剂利谷隆 用...
利谷隆标p0.05 项...
11:30

利谷隆标p0.5 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [结果窗口]

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)

下一个 3D 通道

	名字	保留时间(分钟)	纯度1角度	纯度1阈值	PDA 匹配1光谱名	PDA 匹配1角度	PDA 匹配1阈值	PDA 匹配1库名	面积(微伏*秒)	% 面积	高度(微伏)	积分类型	含量	单位	峰类型
1	利谷隆	3.188	2.386	6.398					78476	100.00	9620	BB	0.484	mg/kg	找到

峰 色谱匹配 纯度 库匹配

色谱结果

	样品瓶	进样	样品名称	样品类型	结果代码	出错	采集日期	采集方法组	进样体积(微升)	处理日期	处理方法	处理作	处
1	1	5	利谷隆标p0.5	未知	Q49	☐	2003-12-7 11:11:01	利谷隆	20.00	2003-12-24 11:35:12	利谷隆	未知	Sys

峰校正曲线

	名字	时间(分钟)	R	R^2	标准差	相等	拟合类型	校正代码	曲线类型	X 轴	Y 轴	单位
1	利谷隆	3.230	1.000000	1.000000	0.000000e+000	Y = 1.62e+005 X	线性		LC	含量	面积	mg/kg

结果 色谱匹配 纯度图 匹配图 三重图 结果

下一个 3D 通道 方法组: 利谷隆 处理方法: 利谷隆 PDA

开始 Millennium32 WATERS高效液相… 除草剂利谷隆 用… 利谷隆标p0.5 项目… CH 11:35

外标法：多点校正

在单点校正曲线建立的基础上，一起选上要用于建立校准曲线的数据文件。修改样品，填写级别，相应的浓度和单位。点击进入主窗口，先出现单点校正曲线，点击下一个 3D 通道，出现第二点、第三点……，存盘完成多点校正曲线的建立。未知样结果分析同单点校正。

除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 项目

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 工具 (T) 数据库 (D) 帮助 (H)

筛选条件: 缺省 编辑视图

样品组 | 进样 | 通道 | 方法 | 结果组 | 结果 | 峰 | 曲线 | 视图筛选器 | 自定义字段

修改样品

	样品名称	样品瓶	进样	样品类型	采集日期	通道	通道描述
1	利谷隆	3	1	未知	2003-12-8 11:07:21	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
2	利谷隆	2	1	未知	2003-12-8 10:56:12	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
3	利谷隆	1	1	未知	2003-12-8 10:45:34	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
4	利谷隆	1	3	未知	2003-12-8 10:32:41	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
5	利谷隆	1	2	未知	2003-12-8 10:16:25	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
6	利谷隆	1	1	未知	2003-12-8 10:06:32	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
7	乙腈	1	9	未知	2003-12-7 12:19:56	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
8	乙腈	1	8	未知	2003-12-7 12:01:33	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
9	利谷隆标p1000	1	7	未知	2003-12-7 11:44:05	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
10	利谷隆标p1	1	6	标准样	2003-12-7 11:27:53	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
11	利谷隆标p0.5	1	5	标准样	2003-12-7 11:11:01	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
12	利谷隆标p0.05	1	4	标准样	2003-12-7 10:54:59	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
13	利谷隆标p0.05	1	3	未知	2003-12-7 10:37:43	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)
14	利谷隆标p0.05	1	2	未知	2003-12-7 10:18:21	W2996	PDA 210.0 到 400.0 纳米 (在 1.2 纳米)

开始修改样品 14 选中

开始 Millennium32 除草剂利谷隆 用户 Syst... WATERS高效液相色谱... CH 13:43

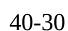
样品 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 修改 样品

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)

	样品瓶	标签	样品类型	样品名称	方法组 / 报告方法	级别	样品重量	稀释倍数	进样体积 (微升)	已修改	水浴池
1	1		标准样	利谷隆标p1	利谷隆	3	1.00000	1.00000	20.0	☑	
2	1		标准样	利谷隆标p0.5	利谷隆	2	1.00000	1.00000	20.0	☑	
3	1		标准样	利谷隆标p0.05	利谷隆	1	1.00000	1.00000	20.0	☑	

帮助 F1

开始 Millennium32 除草剂利谷隆 用户 Syst... WATERS高效液相色谱... CH 13:44



样品 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 修改 样品

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)

	样品瓶	标签	样品类型	样品名称	方法组 / 报告方法	级别	样品重量	稀释倍数	进样体积 (微升)	已修改	水浴池
1	1		标准样	利谷隆标p1	利谷隆	3	1.00000	1.00000	20.0	☑	
2	1		标准样	利谷隆标p0.5	利谷隆	2	1.00000	1.00000	20.0	☑	
3	1		标准样	利谷隆标p0.05	利谷隆	1	1.00000	1.00000	20.0	☑	

组份编辑器

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 帮助 (H)

样品组类型: 仅标准

当前瓶样

行 : 1 样品 1 水平 : 3 类型 标准样

组份

值 dn/dc (样品瓶)

	组份	值 (标准样)	值 (标准样)	值 (标准样)	单位 (瓶样)
1	利谷隆	1.000000	0.500000	0.050000	mg/kg

帮助 F1

开始 Millennium32 除草剂利谷隆 用户 Syst… WATERS高效液相色谱… CH 13:45

利谷隆标p1 项目 除草剂利谷隆 用户 System/管理员 - 查看 - [校正曲线窗口]

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 绘图 (P) 处理 (R) 浏览 (N) 选项 (O) 窗口 (W) 帮助 (H)

方法 利谷隆　　日期/时 2003-12-24 13:27:40

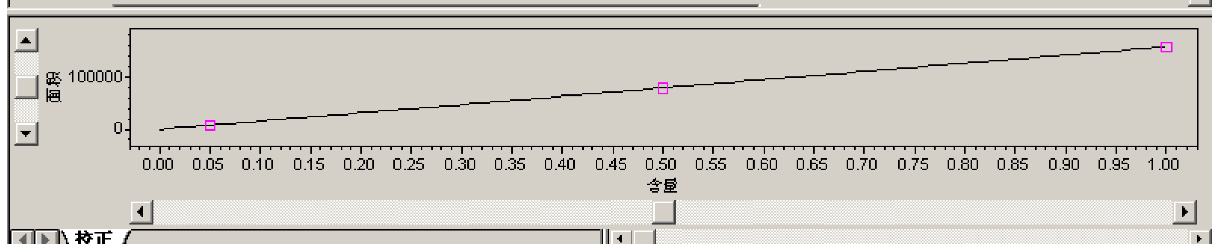
系统 Waters600_2996　　通道 Wvln Ch1

组份 利谷隆　　时间 (3.230

相等 Y = 1.59e+005 X - 2.01e+002

R^2 0.999933　R 0.999967　标准差 8.727748e+002

RSS 7.617359e+005　RSD 92.206586　加权 无



校正

	级别	X 值	响应	计算值	% 背离	手调点	忽略	结果 ID	通道 ID
1	1	0.050000	8113.111701	0.052361	4.722	☐	☐	1821	1405
2	2	0.500000	78476.299404	0.495514	-0.897	☐	☐	1822	1408
3	3	1.000000	158915.283224	1.002125	0.212	☐	☐	1829	1411

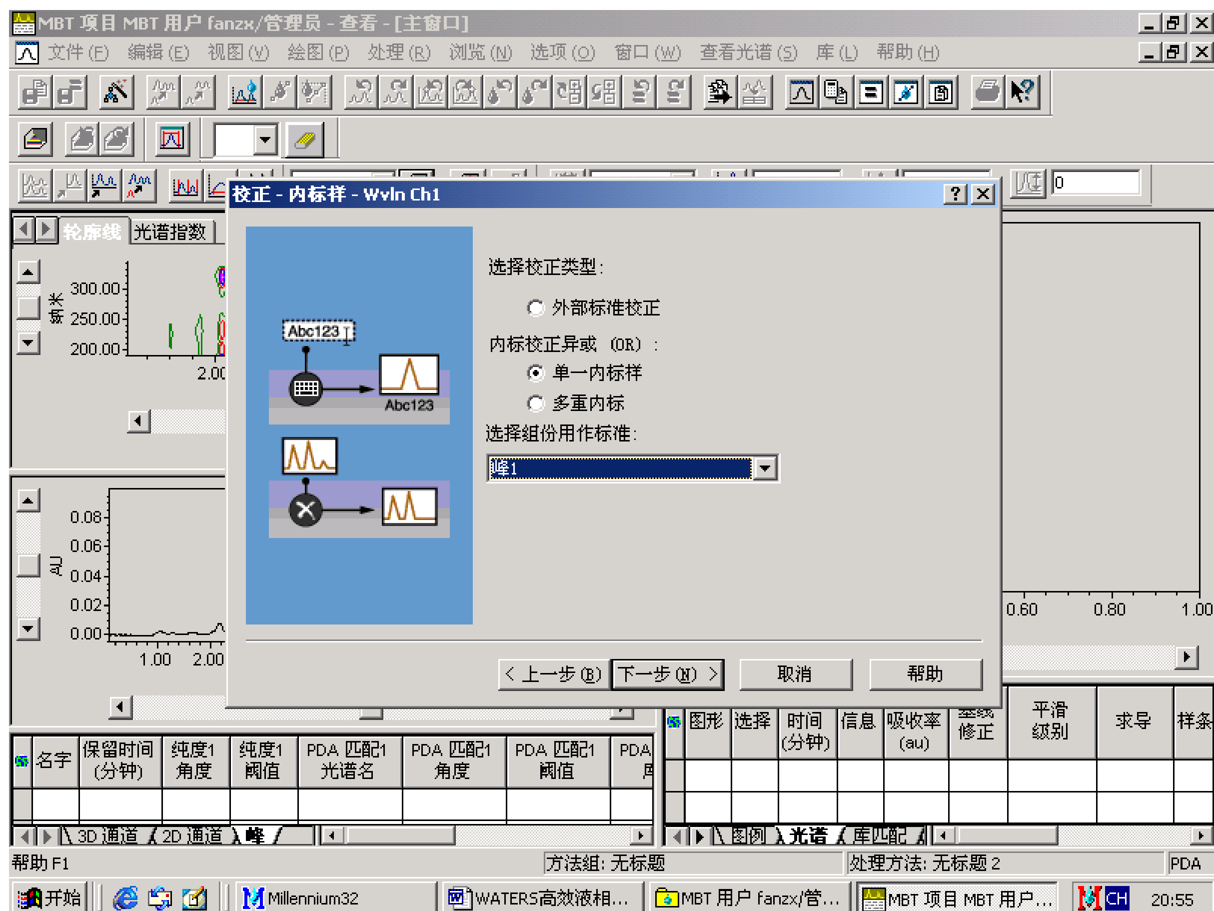
单个点 / 平均点 /

帮助 F1　方法组: 利谷隆　处理方法: 利谷隆　PDA

开始 Millennium32 除草剂利谷隆 用… WATERS高效液相… 利谷隆标p1 项目 … CH 13:46

内标法校正

每一组数据不少于 2 个色谱峰。在方法指南中选择单一内标样，在下框内选择内标物峰。指定的内标物峰浓度为 1。余同外标法校正。

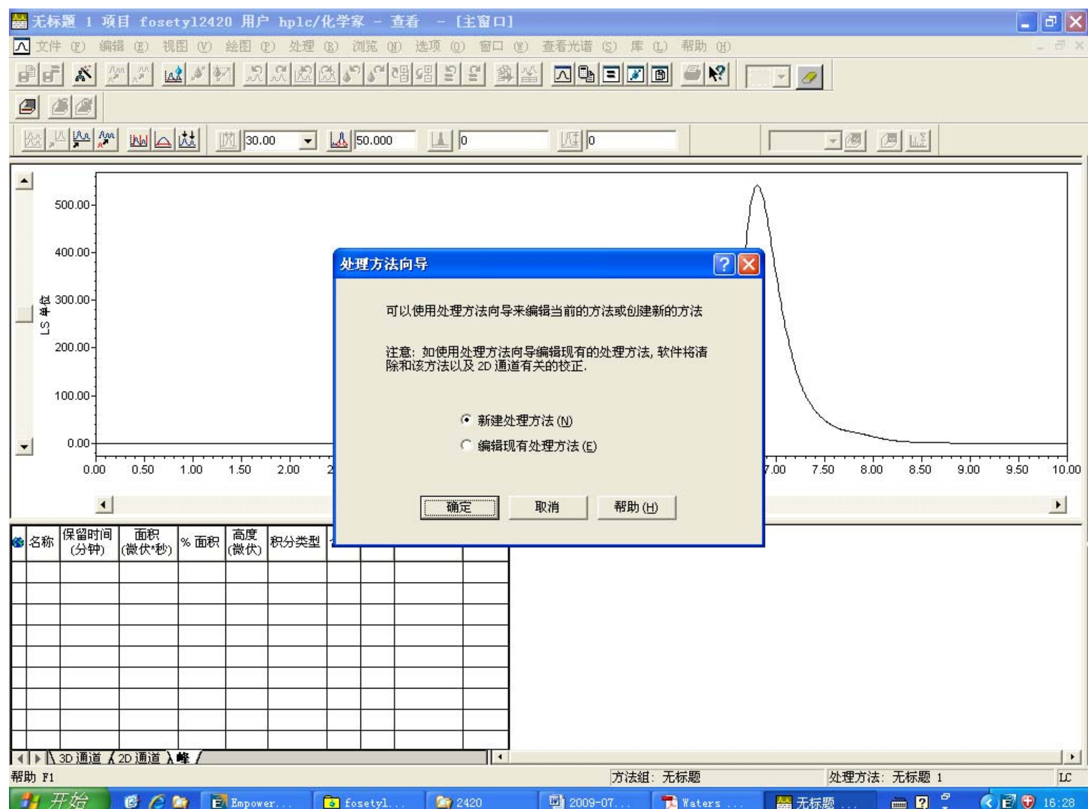


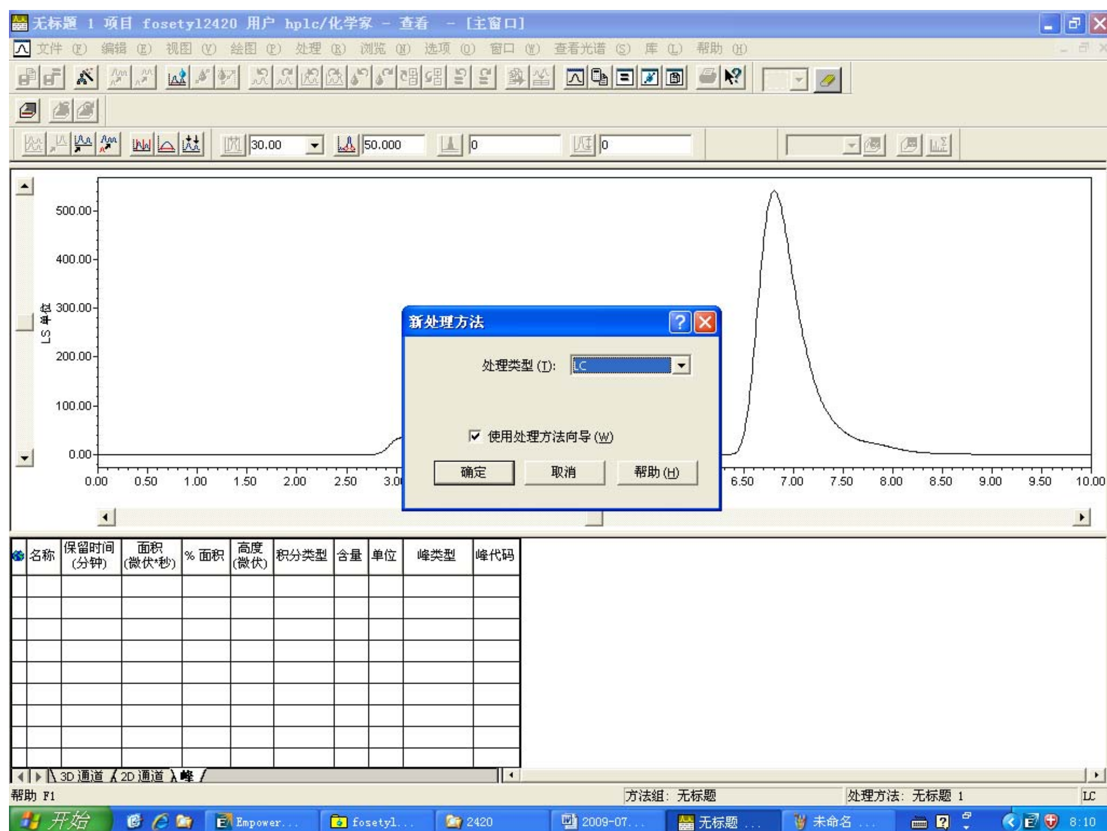
Log-log 线性校正：至少需要 2 点校正

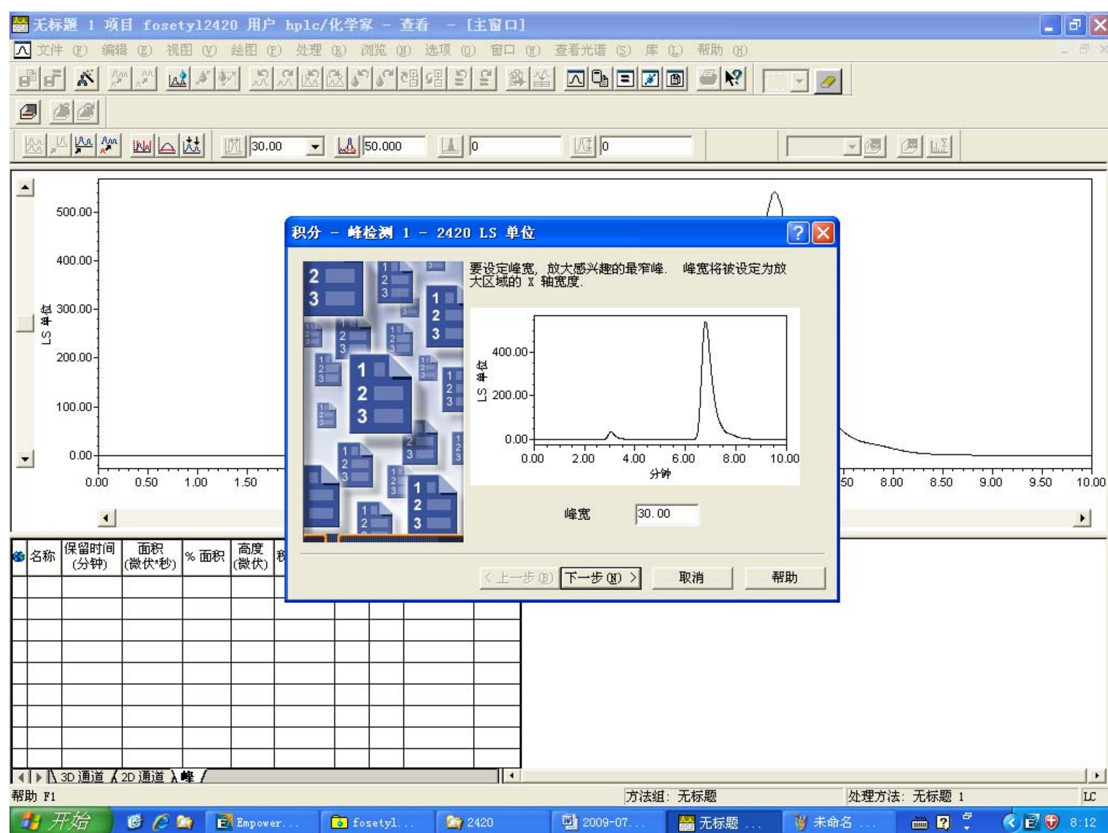
使用蒸发光散射检测器时，如果浓度范围较大，响应值缺乏线性，则需要取双对数来进行校正。即取进样质量的对数值与峰面积对数值进行回归计算，得到线性方程 $\lg A = a + b \lg m$。

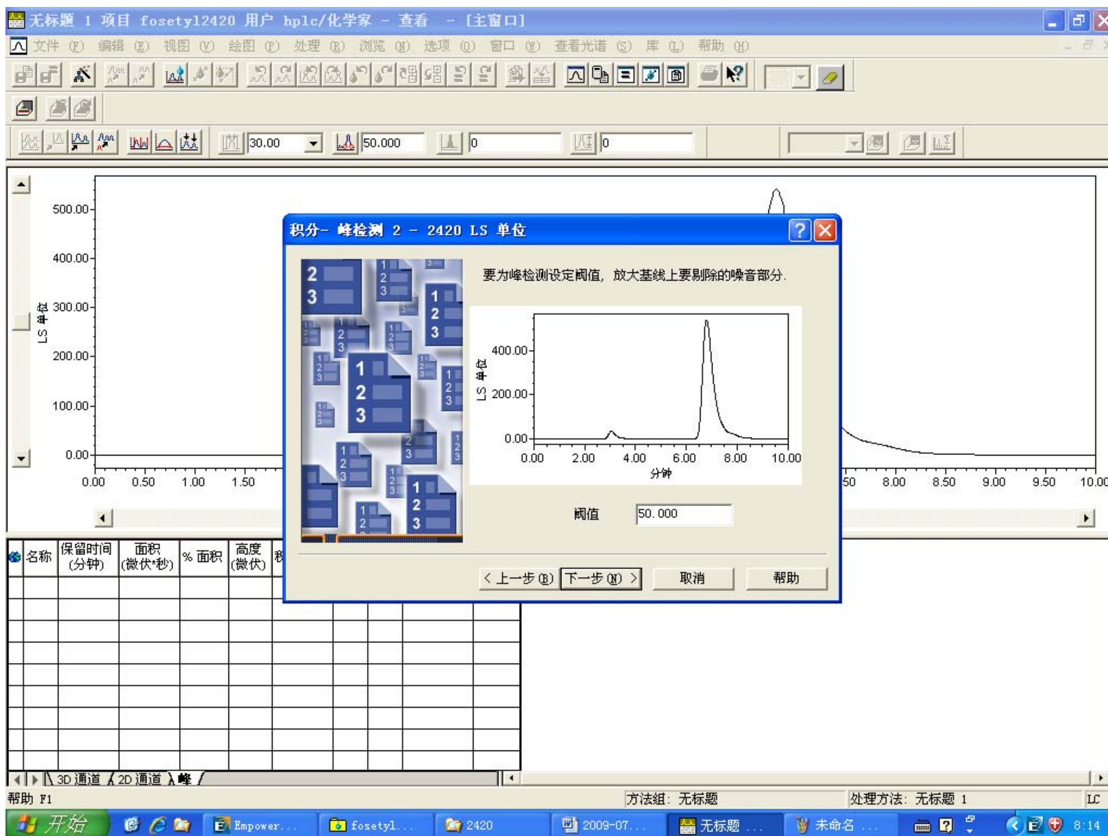
工作站计算：在项目界面下的通道选项卡上，选择标准品文件，双击进入主窗口，显示色谱图。点击处理方法指南　新建处理方法　确定　处理类型：LC　确定　下一步　下一步　用鼠标拖放选择积分范围　下一步　可以用最小面积或最小高度限定几分区域　下一步　曲线类型：Log-log 线性　下一步　输入色谱峰名称　下一步　下一步　外标校正　下一步　输入方法名如：三乙膦

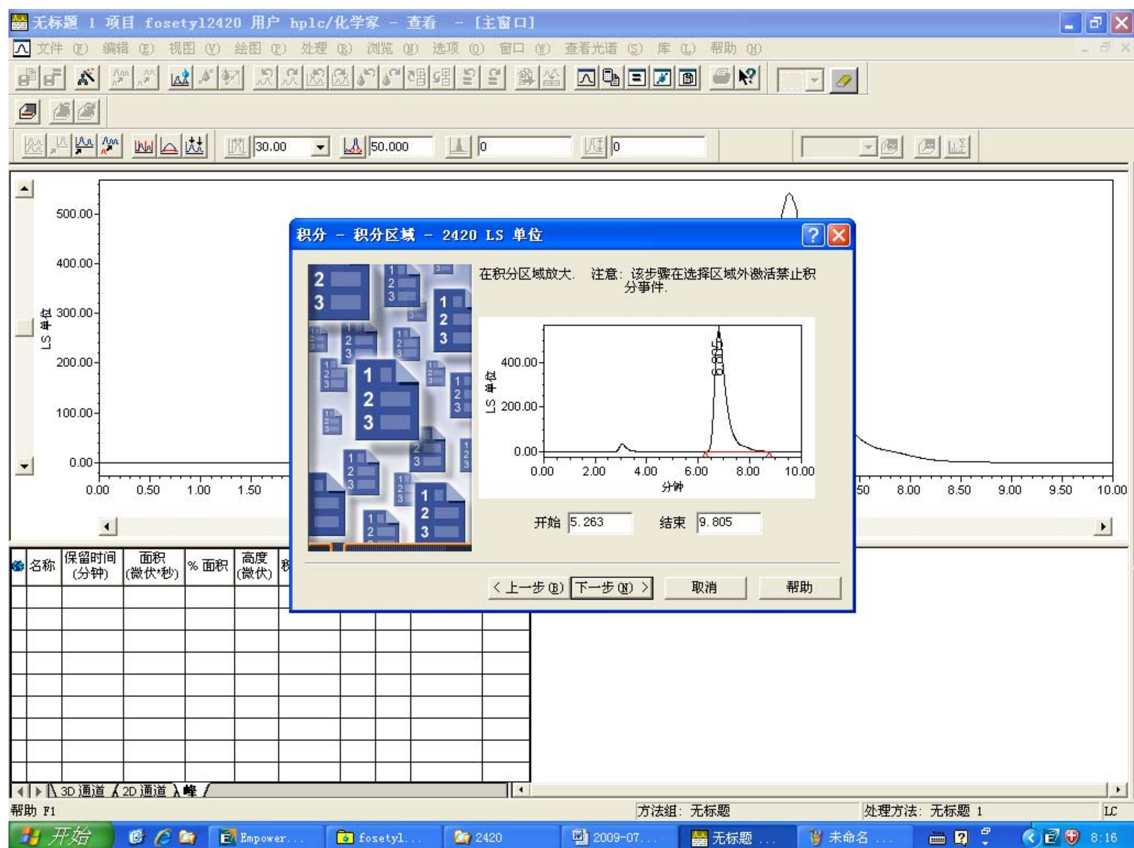
酸铝 完成。 关闭主窗口界面。

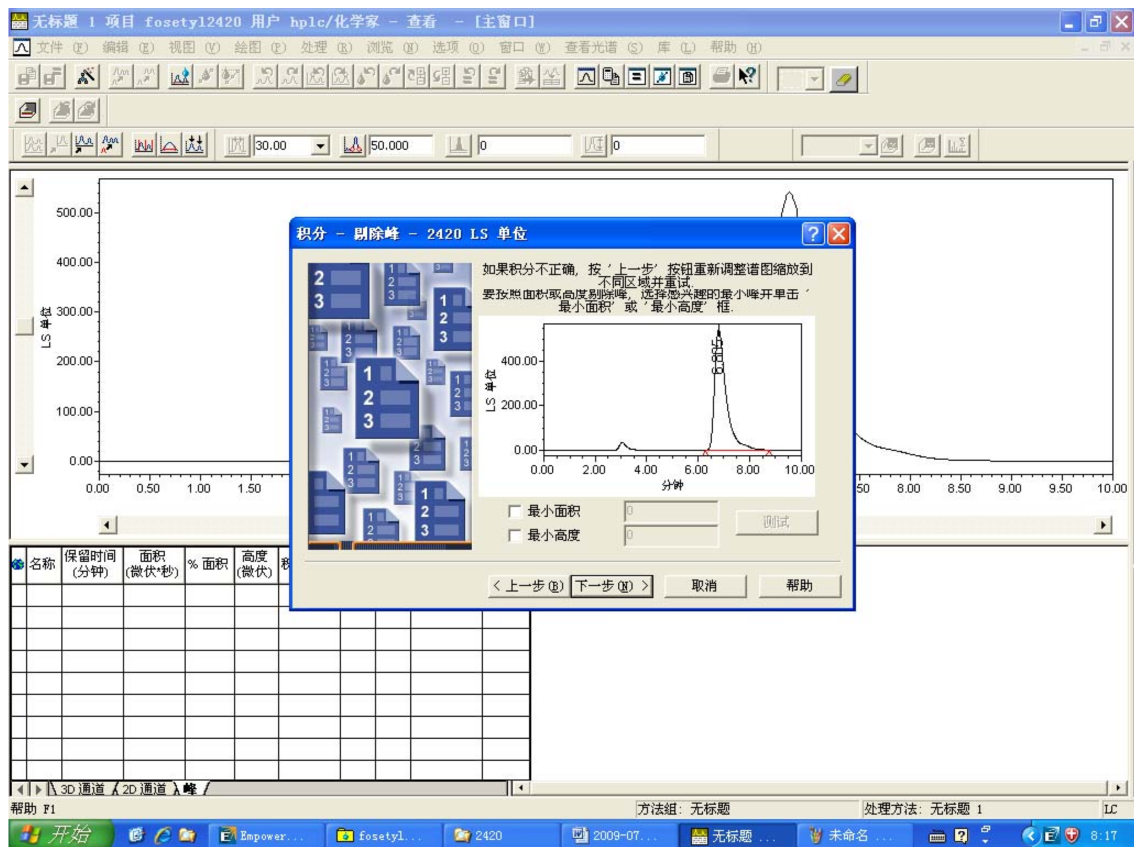


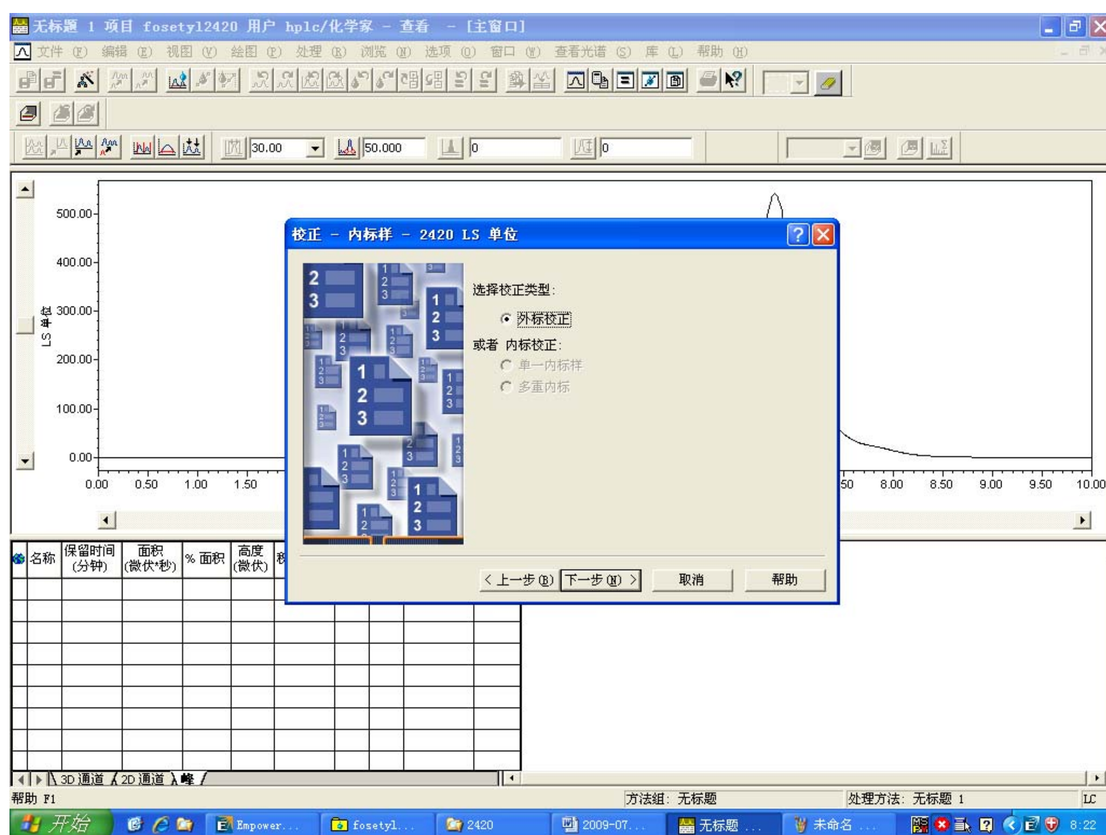


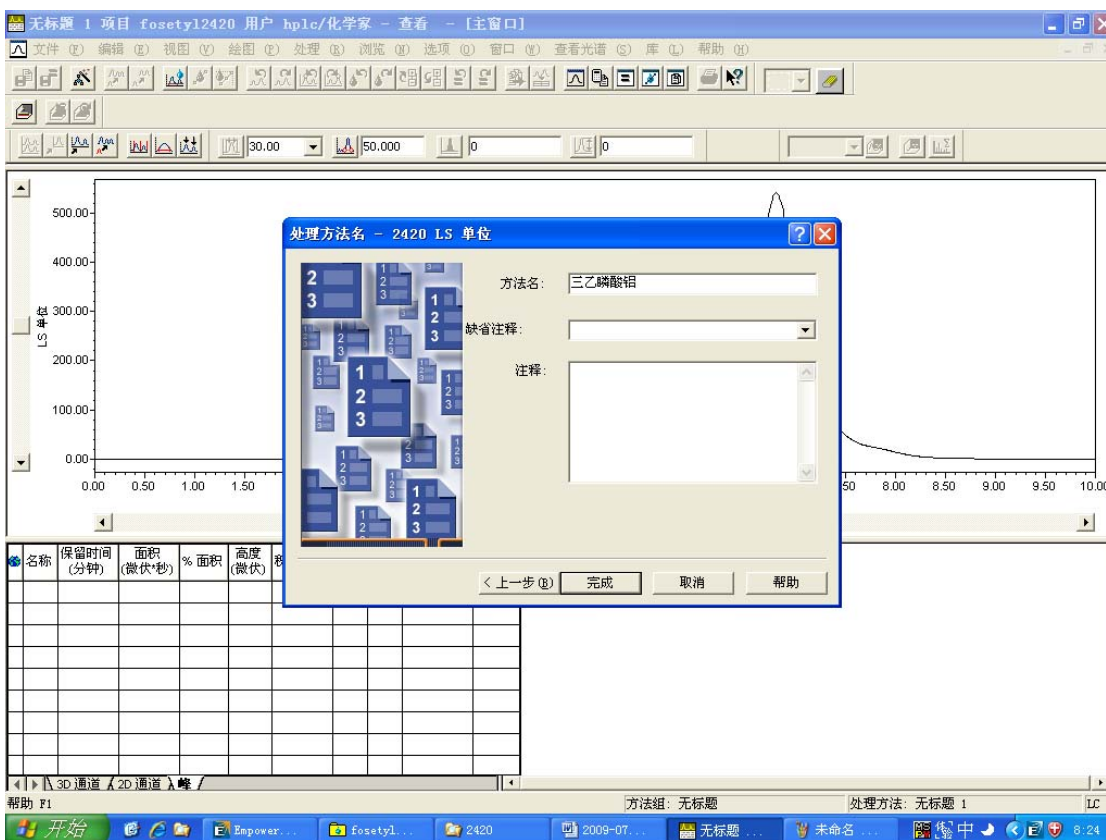

积分 － 峰检测 1 － 2420 LS 单位
要设定峰宽，放大感兴趣的最窄峰。峰宽将被设定为放大区域的 X 轴宽度。
峰宽
30.00
上一步(B)
下一步(N)
取消
帮助


积分－ 峰检测 2 － 2420 LS 单位
要为峰检测设定阈值，放大基线上要剔除的噪音部分。
阈值
50.000
上一步(B)
下一步(N)
取消
帮助


无标题 1 项目 fosetyl2420 用户 hplc/化学家 – 查看 – [主窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(W) 选项(O) 窗口(W) 查看光谱(S) 库(L) 帮助(H)
积分 – 积分区域 – 2420 LS 单位
在积分区域放大. 注意: 该步骤在选择区域外激活禁止积分事件.
LS 单位
分钟
开始 5.263
结束 9.805
< 上一步(B)
下一步(N) >
取消
帮助
名称
保留时间 (分钟)
面积 (微伏*秒)
% 面积
高度 (微伏)
3D 通道
2D 通道
峰
帮助 F1
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 1
开始

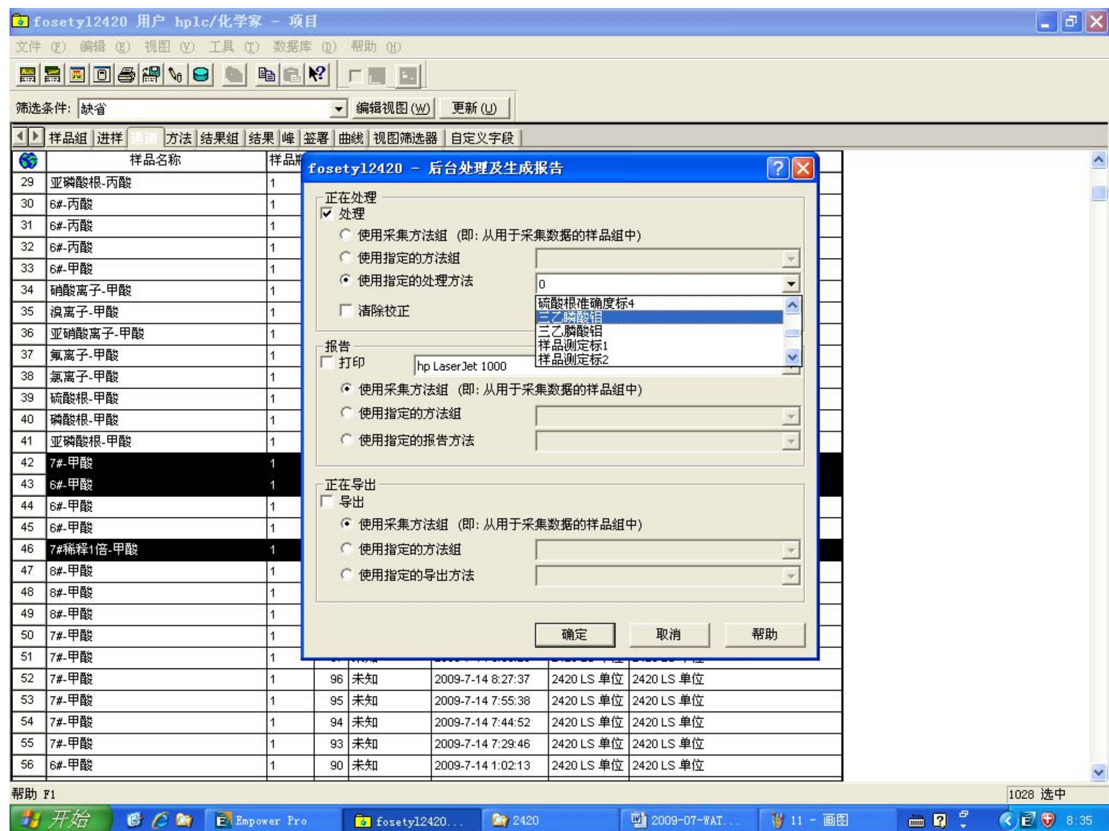

无标题 1 项目 fosetyl2420 用户 hplc/化学家 – 查看 – [主窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(W) 选项(O) 窗口(W) 查看光谱(S) 库(L) 帮助(H)
积分 – 剔除峰 – 2420 LS 单位
如果积分不正确, 按 '上一步' 按钮重新调整谱图缩放到不同区域并重试.
要按照面积或高度剔除峰, 选择感兴趣的最小峰并单击 '最小面积' 或 '最小高度' 框.
LS 单位
分钟
最小面积
最小高度
测试
< 上一步(B)
下一步(N) >
取消
帮助
名称
保留时间 (分钟)
面积 (微伏*秒)
% 面积
高度 (微伏)
3D 通道
2D 通道
峰
帮助 F1
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 1
开始





在通道中，分别选中标样或样品右键“改变样品”，输入各自的称样量和含量。方法同 PDA。同时选择两个标样和要计算的样品，右键“处理”，使用指定的处理方法，在下拉菜单中找到上面建立的处理方法，确定即可。在结果中，点击可以查看计算结果。





手动计算：取Log-log线性拟合曲线方程为：$\lg A = a + b \lg m$ (其中A为峰面积，m为进样质量)，下面以两点校正为例说明计算方法。公式变形后$A = a^* m^{b}$（$a^* = 10^{a}$），如果两

个标样的峰面积和进样质量分别为A_3、m_3、A_4、m_4，代入变形后的公式：

$$A_3 = a^* m_3^b$$

$$A_4 = a^* m_4^b$$

两式相除消去 a*，可得：

$$b = \frac{\lg(A_3 / A_4)}{\lg(m_3 / m_4)}$$

样品含量为：$$x = \frac{\sqrt[b]{A_2}\, m_1 p}{\sqrt[b]{A_1}\, m_2}$$

A_1—标样的峰面积

m_1—标样称样量

p—标样百分含量

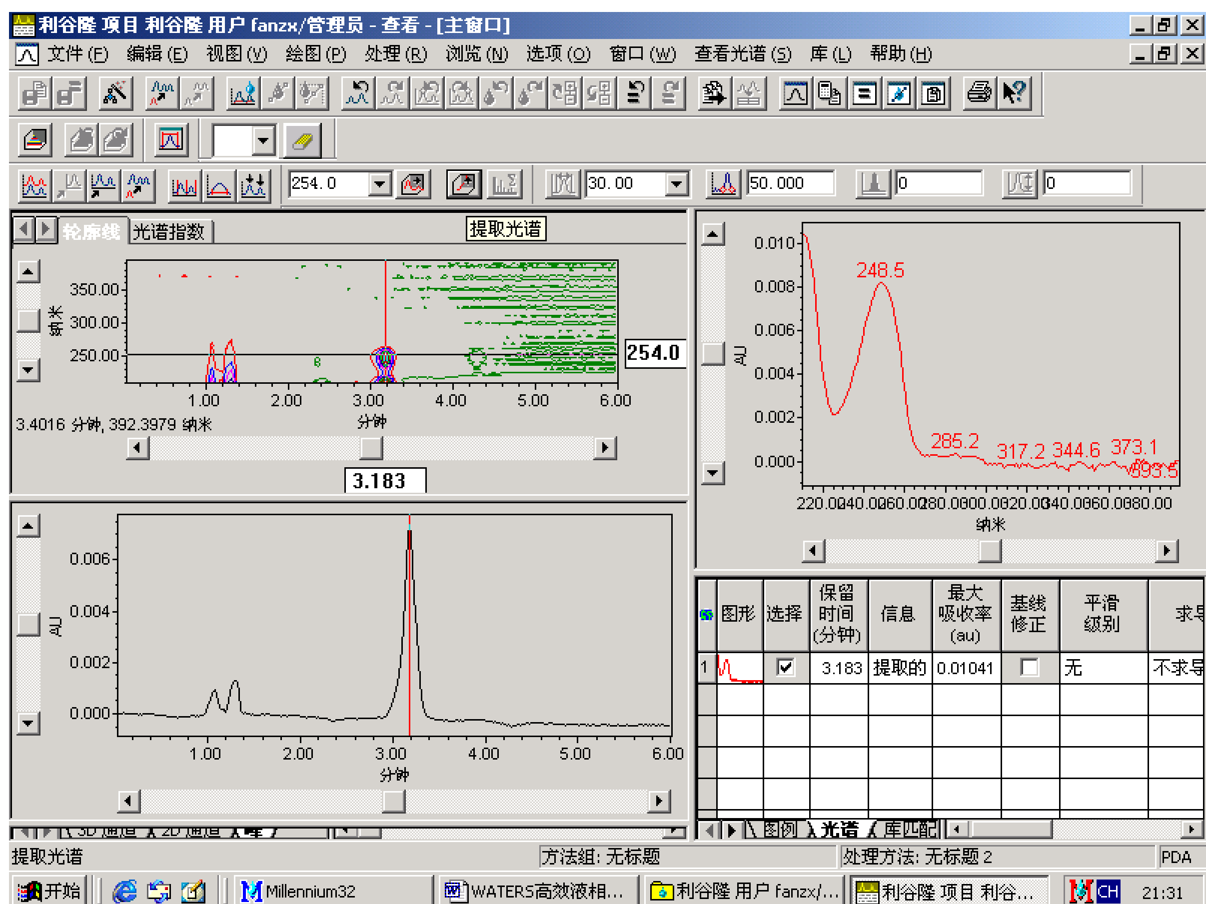
A_2—样品的峰面积

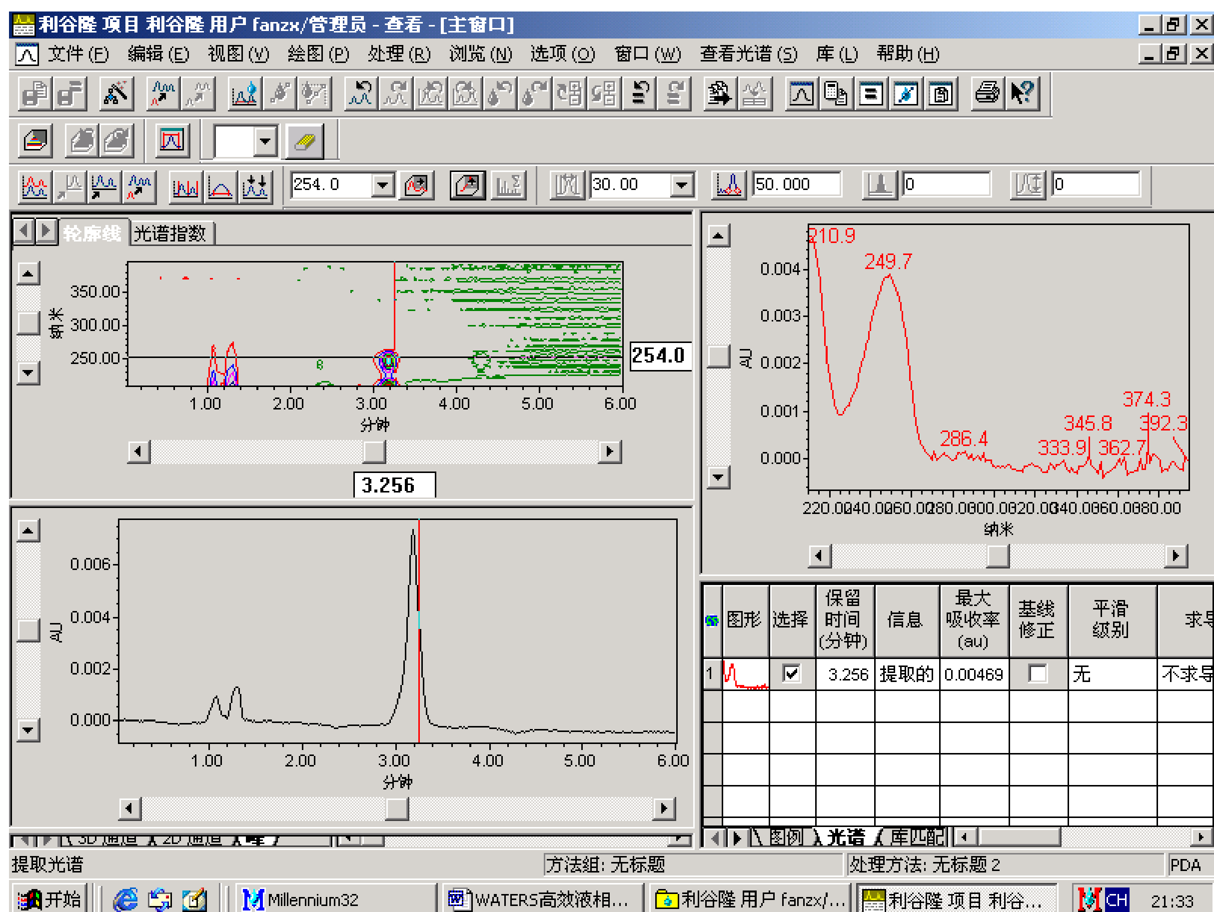
m_2—样品称样量

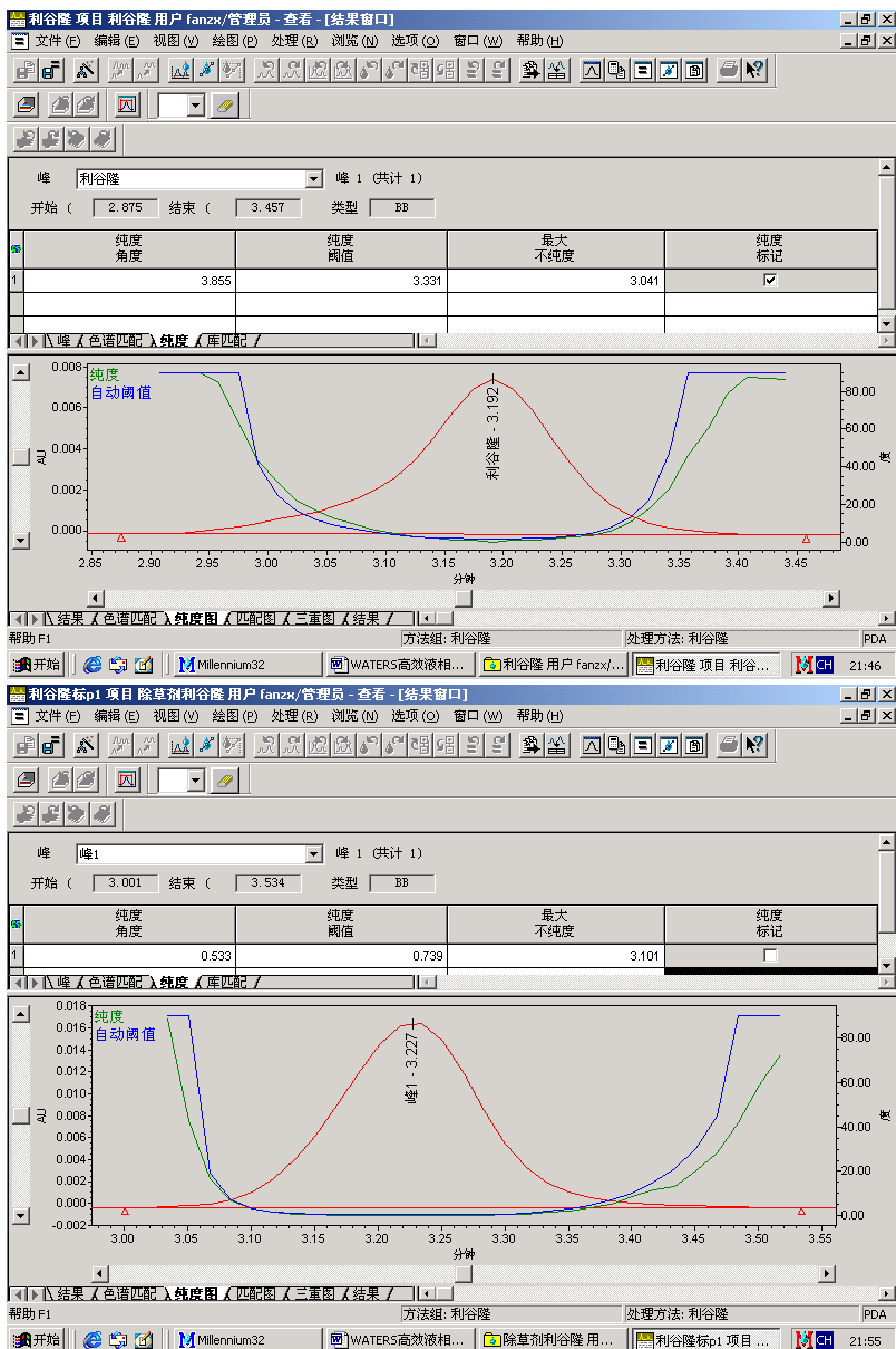
3.2 定性结果

3.2.1 手动方法　调出要分析的文件，在查看主窗口界面，提取色谱图后，提取光谱图。移动时间标尺，观察停在色谱峰不同位置时，紫外吸收光谱曲线的变化。如果变化不大，可认为色谱峰纯度较高。

3.2.2 自动方法　按照外标法单点校正的方法进行峰纯度自动计算。当纯度角度值小于纯度阈值时，表明峰纯度高。最大不纯度值表明从那个时间起峰就不纯了。


利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 查看 - [主窗口]
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 绘图 (P) 处理 (R) 浏览 (N) 选项 (O) 窗口 (W) 查看光谱 (S) 库 (L) 帮助 (H)
254.0
30.00
50.000
轮廓线 光谱指数
提取光谱
3.4016 分钟, 392.3979 纳米
分钟
纳米
3.183
AU
248.5
285.2
317.2
344.6
373.1
图形 选择 保留时间(分钟) 信息 最大吸收率(au) 基线修正 平滑级别
1 3.183 提取的 0.01041 无 不求导
图例 光谱 库匹配
提取光谱
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 2
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
利谷隆 用户 fanzx/...
利谷隆 项目 利谷...
21:31


利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 查看 - [主窗口]
文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 绘图 (P) 处理 (R) 浏览 (N) 选项 (O) 窗口 (W) 查看光谱 (S) 库 (L) 帮助 (H)
254.0
30.00
50.000
轮廓线 光谱指数
分钟
纳米
3.256
AU
210.9
249.7
286.4
333.9
345.8
362.7
374.3
392.3
图形 选择 保留时间(分钟) 信息 最大吸收率(au) 基线修正 平滑级别
1 3.256 提取的 0.00469 无 不求导
图例 光谱 库匹配
提取光谱
方法组: 无标题
处理方法: 无标题 2
PDA
开始
Millennium32
WATERS高效液相...
利谷隆 用户 fanzx/...
利谷隆 项目 利谷...
21:33



利谷隆 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 查看 - [结果窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)
峰 利谷隆 峰 1 (共计 1)
开始 (2.875 结束 (3.457 类型 BB
纯度角度 纯度阈值 最大不纯度 纯度标记
1 3.855 3.331 3.041
峰 色谱匹配 纯度 库匹配
纯度
自动阈值
利谷隆 - 3.192
AU
分钟
结果 色谱匹配 纯度图 匹配图 三重图 结果
帮助 F1 方法组: 利谷隆 处理方法: 利谷隆 PDA
开始 Millennium32 WATERS高效液相... 利谷隆 用户 fanzx/... 利谷隆 项目 利谷... CH 21:46
利谷隆标p1 项目 除草剂利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 查看 - [结果窗口]
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 绘图(P) 处理(R) 浏览(N) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)
峰 峰1 峰 1 (共计 1)
开始 (3.001 结束 (3.534 类型 BB
纯度角度 纯度阈值 最大不纯度 纯度标记
1 0.533 0.739 3.101
峰 色谱匹配 纯度 库匹配
纯度
自动阈值
峰1 - 3.227
AU
分钟
结果 色谱匹配 纯度图 匹配图 三重图 结果
帮助 F1 方法组: 利谷隆 处理方法: 利谷隆 PDA
开始 Millennium32 WATERS高效液相... 除草剂利谷隆 用... 利谷隆标p1 项目 ... CH 21:55

3.3 打印报告

将定量结果保存后，返回项目窗口。点击结果选项卡，右键，打印，选择使用指定的报告方法，青岛科大化工学院分析测试中心。上述报告格式可满足一般分析要求。如需要特殊格式，可以自定义报告格式。也可以预览报告格式。

利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 项目

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 工具(T) 数据库(D) 帮助(H)

筛选条件：缺省 编辑视图(W) 更新(U)

样品组 | 进样 | 通道 | 方法 | 结果组 | 结果 | 峰 | 曲线 | 视图筛选器 | 自定义字段 | 审计追踪

	样品名称	样品瓶	进样	样品类型	处理的通道说明	采集日期	处理日期	处理方法
1	利谷隆	2	1	未知	PDA 254.0 纳米	2003-12-25 14:46:30	2003-12-26 9:08:15	利谷隆
2	利谷隆	3	2	标准样	PDA 254.0 纳米	2003-12-25 15:06:28	2003-12-26 9:08:03	利谷隆
3	利谷隆	2	1	未知	PDA 254.0 纳米	2003-12-25 14:46:30	2003-12-26 8:31:38	利谷隆
4	利谷隆	3	2	标准样	PDA 254.0 纳米	2003-12-25 15:06:28	2003-12-26 8:31:32	利谷隆

帮助 F1　　4 选中


利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 项目
文件(F) 编辑(E) 视图(V) 工具(T) 数据库(D) 帮助(H)
筛选条件: 缺省
编辑视图 (W) 更新 (U)
样品组 进样 通道 方法 结果组 结果 峰 曲线 视图筛选器 自定义字段 审计追踪
样品名称 样品瓶 进样 样品类型 处理的通道说明 采集日期 处理日期 处理方法
利谷隆 2 1 未知 PDA 254.0 纳米
利谷隆 3 2 标准样 PDA 254.0 纳米
利谷隆 2 1 未知 PDA 254.0 纳米
利谷隆 3 2 标准样 PDA 254.0 纳米
新建方法(N)
查看(R)
比较(C)
预览/出版(V)
处理(P)...
打印(T)...
导出(E)...
运行样品(U)
复制到项目(T)...
锁定通道(L)
通道解锁(U)
查看(V)
删除行(D)
复制(C)
粘贴(P)
隐藏列(H)
显示所有列(S)
打印表(N)
表属性(R)...
列属性(M)...
帮助 F1
4 选中
开始
Millennium32
WATERS高效液相色谱...
10:01
2003-12-25 14:46:30 2003-12-26 9:08:15 利谷隆
利谷隆 - 后台处理及生成报告
处理
使用采集方法组 (即: 从用于采集数据的样品组中)
使用指定的方法组
使用指定的处理方法
清除校正
使用现有积分
如何处理: 校正并定量
报告
打印 hp LaserJet 1000
使用采集方法组 (即: 从用于采集数据的样品组中)
使用指定的方法组
使用指定的报告方法 青岛科大化工学院分析测试中心
导出
使用采集方法组 (即: 从用于采集数据的样品组中)
使用指定的方法组
使用指定的导出方法
利谷隆 用户 fanzx/管理...
9:51

利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 项目

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 工具 (T) 数据库 (D) 帮助 (H)

筛选条件: 缺省 编辑视图 (W) 更新 (U)

样品组 | 进样 | 通道 | 方法 | 结果组 | 结果 | 峰 | 曲线 | 视图筛选器 | 自定义字段 | 审计追踪

	样品名称	样品瓶	进样	样品类型	处理的通道说明	采集日期	处理日期	处理方法
1	利谷隆	2	1	未知	PDA 254.0 纳米	2003-	9:08:15	利谷隆
2	利谷隆	3	2	标准样	PDA 254.0 纳米	2003-	9:08:03	利谷隆
3	利谷隆	2	1	未知	PDA 254.0 纳米	2003-	8:31:38	利谷隆
4	利谷隆	3	2	标准样	PDA 254.0 纳米	2003-	8:31:32	利谷隆

新建方法 (N)
查看 (R)
比较 (C)
预览/出版 (V)
处理 (P)...
打印 (T)...
导出 (E)...
运行样品 (U)
复制到项目 (T)...
锁定通道 (L)
通道解锁 (U)
查看 (V)
删除行 (D)
复制 (C)
粘贴 (P)
隐藏列 (H)
显示所有列 (S)
打印表 (N)
表属性 (R)...
列属性 (M) ...

帮助 F1 4 选中

开始 Millennium32 WATERS高效液相色谱... CH 9:58

利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 报告出版

文件 (F) 编辑 (E) 视图 (V) 布局 (L) 帮助 (H)

200%

色谱图
表
LC 校正曲线
LC 校正点表
LC 校正平均点表
仪器方法
处理方法
报告方法
导出方法
方法组
样品组方法
系统信息
样品组
样品组份
综合状态报告
绘制对象
特别信息
字段
结果自定义字段
混合组
分页
采集日志
PDA/MS 组
GPC 组
系统适应性组
结构组
色谱匹配组
溶出度组

打开报告方法

请选择报告方法来预览选中的数据:

- 使用报告方法 (属于采集方法组 利谷隆) (U).
- 使用 '缺省' 报告方法 (S).
- 使用对选中的数据适用的报告方法 (E).
- 使用以下的报告方法 (F): 青岛科大化工学院分析测试中心
- 使用名为 无标题 的当前打开的报告方法 (C).

确定 取消 帮助

在这里放置报告组

帮助 F1 项目: 利谷隆 单个

开始 Millennium32 利谷隆 用户 fanzx/... WATERS高效液相... 利谷隆 用户 fanzx/... CH 9:56

青岛科大化工学院分析测试中心 项目 利谷隆 用户 fanzx/管理员 - 报告出版 (预览)

关闭 (C)

青岛科大化工学院分析测试中心 Report

Reported by User: fanzx   Project Name: 利谷隆

样品信息

样品名称：	利谷隆	采集者：	fanzx
样品类型：	未知	采集时间：	2003-12-25 14:46:30
瓶号：	2	采集方法组：	利谷隆
进样次数：	1	处理日期：	2003-12-26 9:08:15
进样体积：	20.00 ul	处理方法：	利谷隆
运行时间：	10.0 Minutes	通道名称：	Wvln Ch1
样品组名称：		处理通道注释：	PDA 254.0 纳米

自动标尺色谱图

AU: 0.000, 0.005, 0.010, 0.015

利谷隆 - 3.185

1.00 2.00 3.00 4.00 5.00 6.00 7.00 8.00 9.00 10.00

分钟

0.005 0.010 0.015 0.020 AU

页 1 (共计 1)   项目: 利谷隆   单个

开始   Millennium32   利谷隆 用户 f...   WATERS高效...   青岛科大化...   CH   9:57

第四章　文件管理

4.1 删除数据文件：进入工作站主界面，双击浏览项目，选择要浏览的项目，按确定。选择要删除的数据文件行，点击右键，点击删除行就将该数据文件删除掉。

第五章 **Millennium 32 4.02** 版本（中文版）安装要点及有关事项

5.1 操作系统用 WINDOWES 2000 SP2 以上版本 ，另外 需要安装 IE5.5 以上。
5.2 本机用 ISA bus 选项。
5.3 注意 ZQ 选项不要选上。
5.4 安装序列号在 PDA KEY DISK 磁盘上，W1ENCE045M。在安装过程中有 CRC 错误提示。安装后解压的时间很长，要耐心等待。
5.5 工作站安装后，在系统中能找到“Buslace”硬件的存在，占有资源：中断请求 12。